

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

22. 09. 2004

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 04 NOV 2004

WIPO PCT

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:**

103 48 479.5

**Anmeldetag:**

14. Oktober 2003

**Anmelder/Inhaber:**

tesa AG, 20253 Hamburg/DE

**Bezeichnung:**

Wickelfolie aus Polypropylencopolymer und einem  
mit Polypropylen unverträglichen Polymer

**IPC:**

C 09 J, C 08 L, C 08 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 15. Juni 2004  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Dzierzon

5

## Beschreibung

### Wickelfolie aus Polypropylencopolymer und einem mit Polypropylen unverträglichen Polymer

10

Die vorliegende Erfindung betrifft eine gefüllte weiche halogenfreie flammwidrige Wickelfolie aus mindestens einem Polypropylencopolymer und einem mit Polypropylen unverträglichen Polymer zum Umwickeln zum Beispiel von Lüftungsleitungen in Klimaanlage-  
15 oder Drähten oder Kabeln und insbesondere von Kabelbäumen in Fahrzeugen oder Feldspulen für Bildröhren, welche optional mit einer haftklebrigen Beschichtung ausgerüstet ist. Die Wickelfolie dient dabei zum Bündeln, Isolieren, Markieren, Abdichten oder Schützen. Des weiteren umfasst die Erfindung Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Folie.  
20

Kabelwickelbänder und Isolierbänder bestehen üblicherweise aus weichgemachter PVC-Folie mit einer einseitigen Haftkleberbeschichtung. Es besteht verstärkt der Wunsch, die Nachteile dieser Produkte zu beseitigen. Entsprechende Nachteile beinhalten Ausdampfung von Weichmacher, hoher Halogengehalt sowie geringe thermische Stabilität.  
25

Die Weichmacher konventioneller PVC-Isolierbänder und PVC-Kabelwickelbänder dampfen allmählich aus, was zu einer Gesundheitsbelastung führt, insbesondere ist das  
30 üblicherweise verwendete DOP bedenklich. Weiterhin schlagen sich die Dämpfe in Kraftfahrzeugen an den Scheiben nieder, was die Sicht (und damit erheblich die Fahr-sicherheit) verschlechtert und vom Fachmann als Fogging (DIN 75201) bezeichnet wird. Bei noch stärkerer Verdampfung durch höhere Temperaturen, zum Beispiel im Motorinnenraum von Fahrzeugen oder bei Isolierbändern in elektrischen Geräten, versprödet  
35 die Wickelfolie durch den entstehenden Weichmacherverlust.

Weichmacher verschlechtern das Brandverhalten des reinen PVCs, was durch Zugabe von Antimonverbindungen, die toxisch sehr bedenklich sind, oder durch Verwendung chlor- oder phosphorhaltiger Weichmacher teilweise kompensiert wird.

5

Vor dem Hintergrund der Diskussion um Verbrennung von Kunststoffabfällen, zum Beispiel Shredderabfall aus dem Fahrzeugrecycling, besteht der Trend zur Reduktion des Halogengehaltes und damit der Dioxinentstehung. Daher werden bei den Kabelisolierungen die Wandstärken und bei den zum Umwickeln verwendeten Bändern die Dicken der PVC-Folie reduziert. Die übliche Dicke der PVC-Folien für Wickelbänder beträgt 85 bis 200 µm. Unterhalb von 85 µm treten erhebliche Probleme im Kalandersprozess auf, so dass solche Produkte mit vermindertem PVC-Gehalt kaum verfügbar sind.

10

Die üblichen Wickelbänder enthalten Stabilisatoren auf Basis giftiger Schwermetalle, zumeist Blei, seltener Cadmium oder Barium.

15

Stand der Entwicklung zum Bandagieren von Leitungssätzen sind Wickelfolien mit und ohne Klebstoffbeschichtung, die aus einem PVC-Trägermaterial bestehen, das durch Einarbeitung von erheblichen Mengen (30 bis 40 Gew.-%) an Weichmacher flexibel eingestellt ist. Das Trägermaterial ist zumeist einseitig mit einer Selbstklebmasse auf Basis von SBR-Kautschuk beschichtet. Erhebliche Mängel dieser PVC-Wickelklebebänder sind ihre geringe Alterungsstabilität, das Auswandern und Verdunsten von Weichmacher, ihr hoher Halogengehalt sowie eine hohe Rauchgasdichte im Brandfall.

20

In JP 10 001 583 A1, JP 05 250 947 A1, JP 2000 198 895 A1 und JP 2000 200 515 A1 werden typische Weich-PVC-Klebebänder beschrieben. Um eine höhere Flammfestigkeit der Weich-PVC-Materialien zu erreichen, wird üblicherweise, wie zum Beispiel in JP 10 001 583 A1 beschrieben, die stark toxische Verbindung Antimonoxid verwendet.

25

Daneben stößt PVC an die Grenzen der heutigen Anforderungen an thermischer Stabilität. Wickelfolien werden im kommerziellen Maßstab heute ausschließlich durch Kalandrieren hergestellt. Bei neuen Materialien könnte auch Extrusion genutzt werden, wodurch der Herstellprozess kostengünstiger, Schichtdicken geringer und durch mehrschichtigen Aufbau (Coextrusion) die Folie vielseitiger würde.

30

35

Im modernen Fahrzeugbau werden die Kabelbäume einerseits durch die Vielzahl der elektrischen Verbraucher und dem vermehrten Informationstransfer innerhalb der Fahrzeuge immer dicker und steifer, während andererseits der Verbauraum immer stärker reduziert und somit die Montage (Durchführung beim Verlegen in der Karosserie) problematischer wird. Dadurch ist ein dünnes Folientape vorteilhaft. Des weiteren wird für eine effiziente und kostengünstige Kabelbaumherstellung von den Kabelwickelbändern eine leichte und schnelle Verarbeitbarkeit erwartet.

Es gibt Bemühungen, statt Weich-PVC-Folie Gewebe oder Vliese zu verwenden, die daraus resultierenden Produkte werden aber in der Praxis nur wenig eingesetzt, da sie relativ teuer sind und sich in der Handhabung (zum Beispiel Handeinreißbarkeit, elastisches Rückstellvermögen) und unter Nutzungsbedingungen (zum Beispiel Beständigkeit gegen Betriebsflüssigkeiten, elektrische Eigenschaften) stark von den gewohnten Produkten unterscheiden, wobei im folgenden ausgeführt der Dicke eine besondere Bedeutung zukommt.

In DE 200 22 272 U1, EP 1 123 958 A1 und WO 99/61541 A1 sind Wickelklebebänder aus einem gewebe- oder vliesartigem Trägermaterial beschrieben. Diese Materialien zeichnen sich durch eine sehr hohe Reißfestigkeit aus. Daraus resultiert jedoch der Nachteil, dass diese Klebebänder bei der Verarbeitung nicht ohne Zuhilfenahme von Scheren oder Messern von Hand abgerissen werden können.

Die Dehnbarkeit und Flexibilität sind zwei der Hauptanforderungen an die Wickelklebebänder, um faltenfreie und biegsame Kabelbäume herstellen zu können.

Des weiteren erfüllen diese Materialien nicht die einschlägigen Brandschutznormen wie FMVSS 302. Verbesserte Brandeigenschaften können nur unter Verwendung von halogenhaltigen Flammenschutzmitteln oder Polymeren, wie in US 4,992,331 A1 beschrieben, realisiert werden.

Zur Herstellung von Wickelfolien und Kabelisolierungen werden ebenfalls versuchsweise thermoplastischem Polyester verwendet. Diese weisen erhebliche Mängel bezüglich ihrer Flexibilität, Verarbeitbarkeit, Handeinreißbarkeit, Alterungsbeständigkeit oder Kompatibilität zu den Kabelmaterialien auf. Der schwerwiegendste Nachteil von Polyester ist jedoch die erhebliche Hydrolyseempfindlichkeit, so dass ein Einsatz aus Sicherheitsgründen in Automobilen nicht in Frage kommt.

In DE 100 02 180 A1, JP 10 149 725 A1, JP 09 208 906 A1 und JP 05 017 727 A1 wird der Einsatz von halogenfreien thermoplastischen Polyester-Trägerfolien beschrieben.

In der Patentliteratur werden auch Wickelbänder aus Polyolefinen beschrieben. Diese sind jedoch leicht entflammbar oder enthalten halogenhaltige Flammschutzmittel. Darüber hinaus weisen die aus Ethylencopolymeren hergestellten Materialien einen zu geringen Erweichungspunkt auf (sie schmelzen in der Regel schon bei dem Versuch, eine Wärmealterungsbeständigkeit zu prüfen), und im Fall der Verwendung von Polypropylenpolymeren ist das Material zu unflexibel.

In der WO 00/71634 A1 wird ein Wickelklebeband beschrieben, dessen Folie aus einem Ethylen-Copolymer als Basismaterial besteht. Die Trägerfolie enthält das halogenhaltige Flammschutzmittel Decabromdiphenyloxid. Die Folie erweicht unterhalb einer Temperatur von 95 °C, die normale Nutzungstemperatur liegt aber oft oberhalb von 100 °C oder kurzzeitig sogar über 130 °C, was bei der Verwendung im Motorinnenraum keine Seltenheit ist.

In der WO 97/05206 A1 wird ein halogenfreies Wickelklebeband beschrieben, dessen Trägerfolie aus einem Polymerblend aus Polyethylen niederer Dichte und einem Ethylen/Vinylacetat- oder Ethylen/Acrylat-Copolymer besteht. Als Flammschutzmittel werden 48 bis 90 phr Aluminiumhydroxid verwendet. Ein erheblicher Nachteil der Trägerfolie ist auch hier die geringe Erweichungstemperatur bedingt durch den Polymerblend aus Polyethylen und Ethylen/Vinylacetat-Copolymer. Um dem Problem entgegen zu wirken, wird die Verwendung von Silan-Vernetzung beschrieben. Diese Vernetzungsmethode ist aufwendig und führt in der Praxis nur zu sehr ungleichmäßig vernetztem Material, so dass sich in der Produktion kein stabiler Produktionsprozess beziehungsweise gleichmäßige Qualität des Produktes realisieren lässt.

Analoge Probleme der mangelnden Wärmeformbeständigkeit und schlechte Handeinreißbarkeit treten bei den in WO 99/35202 A1 und US 5,498,476 A beschriebenen Elektroklebebandern auf. Als Trägerfolienmaterial wird ein Blend aus EPDM und EVA in Kombination mit Ethylendiaminphosphat als Flammschutzmittel beschrieben. Dieses weist wie auch Ammoniumpolyphosphat eine hohe Hydrolyseempfindlichkeit auf. In Kombination mit EVA tritt zudem eine Versprödung bei Alterung auf. Die Anwendung auf üblichen Kabeln aus Polyolefin und Aluminium- oder Magnesiumhydroxid führt zu schlechter Ver-

träglichkeit. Darüber hinaus ist das Brandverhalten solcher Kabelbäume schlecht, da diese Metallhydroxide mit Phosphorverbindungen wie unten ausgeführt antagonistisch wirken. Die beschriebenen Isolierbänder sind für Kabelbaumwickelbänder zu dick und zu steif.

5

Versuche, das Dilemma aus zu niedriger Erweichungstemperatur, Flexibilität und Halogenfreiheit zu lösen, beschreiben nachfolgende Patente.

Die EP 0 953 599 A1 beansprucht eine Polymermischung aus LLDPE und EVA für  
10 Anwendungen als Kabelisolierungen und als Folienmaterial. Als Flammschutzmittel wird eine Kombination aus Magnesiumhydroxid mit spezieller Oberfläche und rotem Phosphor beschrieben, die Erweichung bei relativ niedriger Temperatur wurde jedoch nicht gelöst.

Eine Kombination aus Polyolefin und EVA wird in der EP 1 097 976 A1 beschrieben. Hier  
15 wird anstelle von LLDPE ein PP-Polymer verwendet. Der Kerngedanke ist die Erreichung bestimmter mechanischer Eigenschaften bei 100 °C durch das PP-Polymer, was konkret bedeutet, dass das Problem mangelnder Wärmeformbeständigkeit von Mischungen aus Polyethylenhomopolymer und Polyethylencopolymer gelöst werden soll. Es resultiert dadurch eine geringe Flexibilität. Dieser Nachteil der Erfindung kann auch durch Mes-  
20 sungen an den nachgearbeiteten Beispielen bestätigt werden. Die dritte Komponente der Mischung (neben PP-Copolymer und Flammschutzmittel) sind EVA oder EEA; was der Verbesserung des Flammschutzes von Kombinationen aus Polyethylen oder Polypropylen und Füllstoff dient, wie dem Fachmann aus der Literatur bekannt und was aus den LOI-Werten der Beispiele erkennbar ist. Diese Folien sind aufgrund der Zusammensetzung hart und unflexibel. Eine Überprüfung der Kraft in Laufrichtung bei 1 % Dehnung  
25 ergibt bei Nacharbeitung der Beispiele Werte von über 10 N/cm. In der Praxis haben sich bei den zur Zeit eingesetzten Wickelfolien aus PVC Produkte mit einem Wert um 1 N/cm durchgesetzt. Dies unterstreicht, dass diese Folien für den praktischen Gebrauch zu unflexibel sind. Bei dem nachgearbeiteten Beispiel ist ein Einreißen von Hand nur mit  
30 großem Kraftaufwand möglich. Daher fehlt es trotz Verbesserung der Wärmeformbeständigkeit an einer Problemlösung, daher werden in der vorliegenden Erfindung Werte von nur 0,6 bis 5 N/cm angestrebt. Das beschriebene Verfahren der Extrusion ist bei den extrem niedrigen Schmelzindices der verwendeten Polypropylene auf einer Produktions-  
extrusionsanlage kaum durchführbar, vor allem nicht für eine praxisgerechte dünne Folie  
35 von 100 µm oder weniger und erst recht nicht bei Verwendung in Kombination mit den

beschriebenen hohen Mengen an plättchenförmigen feinteiligen Füllstoff. Die Kombination mit stark viskositätserhöhendem rotem Phosphor erschwert die Verarbeitbarkeit weiter. Daher sind die Produkte trotz massiver Nachfrage der japanischen Autoindustrie nicht zur Serienreife gelangt.

5

Der Lösungsansatz aus den genannten Schriften baut auf die bekannte synergistische FlammSchutzwirkung des roten Phosphors mit Magnesiumhydroxid. Die Verwendung von elementarem Phosphor birgt jedoch erhebliche Nachteile. Bei der Verarbeitung wird hochgiftiges Phosphin freigesetzt. Ein weiterer Nachteil ergibt sich aus dem Entstehen von sehr dichtem weißen Rauch im Brandfall. Darüber hinaus sind nur braune bis schwarze Produkte herstellbar, Wickelfolien werden zwecks Farbkennzeichnung jedoch in einem breiten Farbsortiment verwendet.

10

Die genannten Schriften zum Stand der Technik führen trotz der genannten Nachteile keine Folien auf, die auch noch die weiteren Anforderungen wie Wärmebeständigkeit, Kompatibilität mit Polyolefinkabelisolierung oder hinreichender Abrollkraft lösen. Darüber hinaus bleiben die Verarbeitbarkeit in Folienherstellprozessen, hoher Fogging-Wert und die Durchschlagsspannungsfestigkeit fraglich.

15

20

Die Aufgabe der Erfindung bleibt das Auffinden einer Lösung für eine Wickelfolie, welche die Vorteile der Flammwidrigkeit, Abriebfestigkeit, Spannungsbeständigkeit und den mechanischen Eigenschaften (wie Elastizität, Flexibilität, Handeinreißbarkeit) von PVC-Wickelbändern mit der Halogenfreiheit von textilen Wickelbändern verbindet und darüber hinaus eine überlegene Wärmealterungsbeständigkeit aufweist, wobei eine großtechnische Produzierbarkeit der Folie sichergestellt sein muss und eine hohe Durchschlagsspannungsfestigkeit und ein hoher Fogging-Wert bei einigen Anwendungen notwendig sind.

25

Aufgabe der Erfindung ist es weiterhin, weiche halogenfreie flammwidrige Wickelfolien zur Verfügung zu stellen, welche ein besonders sicheres und schnelles Umwickeln, insbesondere von Drähten und Kabeln, zum Markieren, Schützen, Isolieren, Abdichten oder Bündeln ermöglichen, wobei die Nachteile des Standes der Technik nicht oder zumindest nicht in dem Umfang auftreten.

30

Im Zuge der immer komplizierter werdenden Elektronik und der steigenden Zahl von elektrischen Verbrauchern in den Automobilen werden auch die Leitungssätze immer

35

komplexer. Bei steigenden Querschnitten der Kabelbäume wird die induktive Erhitzung immer größer während die Wärmeableitung abnimmt. Dadurch steigen die Anforderungen an die Wärmebeständigkeit der verwendeten Materialien. Die standardmäßig verwendeten PVC-Materialien für die Wickelklebebänder stoßen hier an ihre Grenzen. Es besteht daher auch die Aufgabe, Polypropylen-copolymere mit Additivkombinationen zu finden, welche die Handeinreißbarkeit von PVC nicht nur erreichen sondern sogar über-

Gelöst wird diese Aufgabe durch eine Wickelfolie, wie sie im Hauptanspruch niedergelegt ist. Gegenstand der Unteransprüche sind vorteilhafte Weiterbildungen der erfindungsgemäßen Wickelfolie, die Verwendung der Wickelfolie in einem weichen flammwidrigen Klebeband, weitere Anwendungen derselben sowie Verfahren zur Herstellung der Wickelfolie.

Demgemäß betrifft die Erfindung eine Flammfeste, halogenfreie Wickelfolie aus

- mindestens einem Polypropylen-copolymeren,
- mindestens einem anorganischen Flammschutzmittel und
- 1 bis 30 phr, vorzugsweise 5 bis 15 phr mindestens einem mit dem Polypropylen-copolymer unverträglichen Polymer.

Die im folgenden gemachten Angaben in phr bedeuten Gewichtsteile der betreffenden Komponente bezogen auf 100 Gewichtsteile aller Polymerkomponenten der Folie.

Bei einer Wickelfolie mit Beschichtung (zum Beispiel mit Klebstoff) werden nur die Gewichtsteile aller Polymerkomponenten der polyolefin-haltigen Schicht berücksichtigt.

Die Dicke der erfindungsgemäßen Folie liegt vorteilhaft im Bereich von 30 bis 180  $\mu\text{m}$ , bevorzugt 50 bis 150  $\mu\text{m}$ , insbesondere 55 bis 100  $\mu\text{m}$ . Die Oberfläche kann strukturiert oder glatt sein. Vorzugsweise ist die Oberfläche leicht matt eingestellt. Dies kann durch Verwendung eines Füllstoffs mit einer hinreichend hohen Teilchengröße oder durch eine Walze (zum Beispiel Prägwalze am Kalandertisch oder mattierte Chill Roll oder Prägwalze bei der Extrusion) erreicht werden.



In bevorzugter Ausführung ist die Folie ein- oder beidseitig mit einer haftklebrigen Schicht ausgerüstet, um die Anwendung einfach zu gestalten, so dass eine Fixierung der Wickelfolie am Ende des Wickelvorgangs entfällt.

5

Für den Fachmann überraschend und nicht vorhersehbar ist eine erfindungsgemäße Wickelfolie aus einem Polypropylencopolymer, aus flammhemmenden Füllstoffen und aus einem mit Polypropylencopolymer unverträglichem Polymer herstellbar. Erstaunlicherweise ist auch die thermische Alterungsbeständigkeit im Vergleich zu PVC als Hochleistungswerkstoff nicht schlechter, sondern vergleichbar oder sogar besser.

10

Die erfindungsgemäße Wickelfolie weist in Längsrichtung eine Kraft bei 1 %-Dehnung von 1 bis 4 N/cm auf und bei 100 %-Dehnung eine Kraft von 2 bis 20 N/cm, vorzugsweise von 3 bis 15 N/cm.

15

Insbesondere ist die Kraft bei 1 %-Dehnung größer gleich 1 N/cm und die Kraft bei 100 %-Dehnung kleiner oder gleich 15 N/cm.

Die 1 %-Kraft ist ein Maß für die Steifigkeit der Folie, und die 100 %-Kraft ist ein Maß für die Anschmiegsamkeit beim Wickeln bei starker Deformation durch hohe Wickelspannung. Die 100 %-Kraft darf aber auch nicht zu niedrig liegen, weil sonst die Reißfestigkeit zu gering ist.

20

Zur Erreichung dieser Kraftwerte enthält die Wickelfolie vorzugsweise ein weiches Polypropylencopolymer mit einem Biegemodul von weniger als 500 MPa, besonders bevorzugt 80 MPa oder weniger und insbesondere von 30 MPa oder weniger. Es kann jedoch auch ein Homopolymer in Abmischung mit einem weichen Polyolefin eingesetzt werden.

Der kristalline Bereich des Copolymers ist vorzugsweise ein Polypropylen mit Randomstruktur, insbesondere mit einem Gehalt von 6 bis 10 Mol-% Ethylen. Ein (zum Beispiel mit Ethylen) modifiziertes Polypropylenrandomcopolymer weist je nach Blocklänge des Polypropylens und Comonomergehalt der amorphen Phase einen Kristallitschmelzpunkt zwischen 100 °C und 145 °C auf (das ist der Bereich für kommerzielle Produkte). Ein Polypropylenhomopolymer liegt je nach Molekulargewicht und Taktizität zwischen 163 °C bis 166 °C. Hat das Homopolymer ein niedriges Molekulargewicht und ist es mit EP-Kautschuk (zum Beispiel Pfropfung, Reaktorblend) modifiziert, so führt die Schmelz-

30

35

punktserniedrigung zu einem Kristallitschmelzpunkt im Bereich von etwa 148 °C bis 163 °C.

- 5 Für das erfindungsgemäße Polypropylencopolymer liegt daher der bevorzugte Kristallitschmelzpunkt unter 145 °C und wird am besten mit einem Comonomer-modifizierten Polypropylen mit Randomstruktur in der kristallinen Phase und copolymerer amorpher Phase erreicht.

- 10 Solche Copolymere weisen einen Zusammenhang zwischen dem Comonomergehalt sowohl in der kristallinen und als auch in der amorphen Phase, dem Biegemodul und dem 1 %-Spannungswert der daraus hergestellten Wickelfolie auf. Ein hoher Comonomergehalt in der amorphen Phase ermöglicht einen besonders niedrigen 1 %-Kraftwert. Überraschenderweise hat ein Gehalt an Comonomer in der auch in der harten kristallinen Phase einen positiven Einfluss auf die Flexibilität der gefüllten Folie.

- 15 Der Kristallitschmelzpunkt sollte aber nicht unter 120 °C liegen, wie es bei EPM und EPDM der Fall ist, weil bei Anwendungen auf Lüftungsrohren, Bildschirmspulen oder Fahrzeugkabeln die Gefahr des Schmelzens besteht. Wickelfolien aus Ethylen-Propylen-Copolymeren aus den Klassen der EPM und EPDM sind daher nicht erfindungsgemäß, was aber nicht ausschließt, dass solche Polymere zur Feinstellung der mechanischen
- 20 Eigenschaften neben dem erfindungsgemäßen Polypropylencopolymer verwendet werden.

- Den Comonomeren des Propylenpolymers werden keine Beschränkungen auferlegt, bevorzugt werden jedoch  $\alpha$ -Olefine wie Ethylen, Butylen-(1), Isobutylen, 4-Methyl-1-penten, Hexen oder Octen verwendet. Copolymere mit drei oder mehr Comonomeren sind im Sinn dieser Erfindung eingeschlossen. Als Monomere für das Polypropylencopolymer wird Ethylen besonders bevorzugt. Das Polymer kann weiterhin durch Pfropfung, zum Beispiel mit Maleinsäureanhydrid oder Acrylatmonomeren, zum Beispiel zur Verbesserung des Verarbeitungsverhaltens oder der mechanischen Eigenschaften modifiziert sein.
- 30 Unter einem Polypropylencopolymer werden nicht nur Copolymere im strengen Sinne der Polymerphysik wie zum Beispiel Blockcopolymere verstanden, sondern auch handelsübliche thermoplastische PP-Elastomere mit unterschiedlichsten Strukturen oder Eigenschaften. Solche Materialien können beispielsweise aus PP-Homo- oder Randomcopolymeren als Vorstufe durch weitere Umsetzung mit Ethylen und Propylen in der
- 35 Gasphase im gleichen Reaktor oder in nachfolgenden Reaktoren hergestellt werden.

Beim Einsatz von Randomcopolymer als Ausgangsmaterial ist die Monomerenverteilung von Ethylen und Propylen in der sich bildenden EP-Kautschukphase gleichmäßiger, was zu besseren mechanischen Eigenschaften führt. Dies ist ein weiterer Grund, warum für die erfindungsgemäße Wickelfolie ein Polymer mit kristalliner Randomcopolymerphase bevorzugt wird. Für die Herstellung können gängige Verfahren angewendet werden, als Beispiele seien der Gasphasen-, Cataloy-, Spheripol-, Novolen-, und der Hypol-Prozess genannt, welche in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6. Aufl., Wiley-VCH 2002 beschrieben sind.

Geeignete Abmischkomponenten sind zum Beispiel weiche Ethylencopolymere wie LDPE, LLDPE, Metallocen-PE, EPM oder EPDM mit einer Dichte von 0,86 bis 0,92 g/cm<sup>3</sup> vorzugsweise von 0,86 bis 0,88 g/cm<sup>3</sup>. Auch weiche hydrierte Random- oder Blockcopolymere aus Ethylen oder (gegebenenfalls substituiertem) Styrol und Butadien oder Isopren sind geeignet, die Flexibilität, die Kraft bei 1 % Dehnung und insbesondere die Form der Kraft-Dehnungs-Kurve der Wickelfolie in den optimalen Bereich zu bringen. Wird neben dem erfindungsgemäßen Polypropylenpolymer ein weiteres ethylen- oder propylenhaltiges Copolymer eingesetzt, hat dieses vorzugsweise einen spezifizierten Schmelzindex im Bereich von  $\pm 50$  % des Schmelzindex des Polypropylenpolymers. Dabei bleibt unberücksichtigt, dass der Schmelzindex ethylenhaltiger Copolymere in der Regel für 190 °C und nicht wie bei Polypropylen für 230 °C spezifiziert ist.

Das Problem der schlechten Einreißbarkeit der Trägerfolie und der damit verbundene aufwendigere Wickelprozess wird in der zugrundeliegenden Erfindung durch den Zusatz mindestens eines mit dem Polypropylencopolymer unverträglichen Polymer erreicht. Durch dieses unverträgliche Polymer werden Sollbruchstellen im Micrometerbereich innerhalb der Trägerfolie erzeugt, die eine leichte Handeinreißbarkeit der Wickelfolie ohne die übliche Ausbildung einer sehr langen zerfaserten Abrisskante ermöglicht. Trotz der erhöhten Einreißbarkeit werden überraschenderweise die mechanischen Eigenschaften wie Flexibilität und Reißkraft nicht negativ durch das unverträgliche Polymer beeinflusst.

Stark polare Polymere gelten dem Fachmann als mit Polypropylen nicht verträglich. Unter unverträglichen Polymeren wird verstanden, dass die Polymere zwei Polymerphase bilden. Diese zweite Phase ist zum Beispiel durch elektronenmikroskopische Aufnahmen, DSC (Differential Scanning Calorimetrie/Differenzialthermoanalyse) oder dynamisch-

mechanische Messungen erkennbar. Eine äußerlich sichtbare scheinbar homogene Mischbarkeit soll nicht als Maß für die Verträglichkeit herangezogen werden. Eine Unverträglichkeit beziehungsweise Nichtmischbarkeit von Polymeren ergibt sich ebenfalls in der Differenz der Löslichkeitsparameter (Hildebrand Parameter). Wenn der Löslichkeitsparameter  $\sigma$  eines Polymers mindestens  $19 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$  beträgt, ist dieses Polymer mit dem Polypropylen(co)polymer unverträglich. Löslichkeitsparameter sowie deren Beschreibung befinden sich unter anderem im "Polymer Handbook", 4. Auflage, Wiley & Son oder „Properties of Polymers“, van Krevelen; Elsevier Scientific Publishing Co., 1976.

- 10 Soweit die erfindungsgemäßen unverträglichen Polymeren olefinische Comonomere wie Ethylen enthalten, muss der Gehalt niedrig genug liegen, um eine Unverträglichkeit sicherzustellen, bevorzugt werden daher Polymere ohne olefinische Comonomere.

- 15 Überraschenderweise erweisen sich diese stark polaren Polymere wie sauerstoff- und stickstoffhaltige Polymere als besonders geeignet, um die Handeinreißbarkeit der Wickelfolie positiv zu beeinflussen, ohne gleichzeitig die mechanischen Eigenschaften wie Flexibilität und Reißdehnung der Folie zu verschlechtern. Zusätzlich wirken diese sauerstoff- und stickstoffhaltige Polymere bezüglich ihrer flammhemmenden Wirkung in Abmischungen mit Polyolefinen und Magnesiumhydroxid synergistisch.

20

In der vorliegenden Erfindung werden 1 bis 30 phr und besonders bevorzugt 5 bis 15 phr von mindestens einem mit dem Polypropylenpolymer unverträglichen Polymer wie zum Beispiel Polyamide und Polyester mit hinreichend niedrigem Erweichungspunkt (passend zur Verarbeitungstemperatur von Polypropylen), Polyvinylacetat, Polyvinylalkohol Polyvinylbutyral, Vinylacetatvinylalkoholcopolymer, Poly(meth)acrylate, Polyethylenvinylalkohol, Ethylenvinylacetat oder Polyurethane verwendet, welche auch vernetzt sein können. Diese können auch eine Core-Shell-Struktur aufweisen, beispielweise ein Kern aus Polyacrylaten mit Alkoholen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen und einer Hülle aus Polymethylmethacrylat. Insbesondere stellen sich Acrylat-Impact-Modifizier, welche für die Modifizierung von PVC hergestellt werden, als besonders geeignet heraus. Bevorzugt werden Poly(meth)acrylate und insbesondere Polyvinylacetat. Des weiteren wird durch Verwendung von Polyvinylacetat überraschenderweise eine verbesserte Benetzung des Flamm-  
schutzmittels Magnesiumhydroxid erreicht, bei der Verarbeitung wird daher die Zeit zur Erreichung einer homogenen Mischung verringert. Infolge der dadurch deutlich geringeren Tendenz der Ausbildung von kleinen Löchern und Stippen im Herstellprozess wird

35

dadurch eine höhere Durchschlagsspannung dieser Folienmaterialien beobachtet. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden Dispersionspulver auf Vinylacetatbasis (zum Beispiel mit Polyvinylalkohol-Hülle wie sie als Modifier für Gips und Zementprodukte verwendet werden), da sie schon in kleinen Mengen eine deutliche Verbesserung der

5 Handeinreißbarkeit und der Flammenhemmung bewirken, wobei die Flexibilität der Wickelfolie nicht wesentlich beeinträchtigt und trotz ihrer Polarität die Haftung der Schmelze auf Kalanders- oder Kühlwalzen nicht erhöhen.

Als Flammenschutzmittel wird synthetisches oder natürliches Magnesiumhydroxid verwendet. Das Magnesiumhydroxid ist für eine bessere Verträglichkeit mit dem Polymer vorzugsweise mit einer Oberflächenbeschichtung versehen. Beispiele sind hier Beschichtungen mit Fettsäuren oder Aminosilanen. Weiteren Flammenschutzmitteln oder Füllstoffen können mit dem Magnesiumhydroxid kombiniert werden. Bevorzugt wird die Kombination aus dem speziellen Magnesiumhydroxid und stickstoffhaltigen Flammenschutzmitteln. Bei-

10 spiele hierfür sind Dicyandiamid, Melamincyanurat und sterisch gehinderte Amine wie zum Beispiel aus der Klasse der HA(L)S.

Roter Phosphor wirkt bei Magnesiumhydroxid synergistisch und kann daher mit verwendet werden. Er weist aber Nachteile auf: Es können keine farbigen, sondern nur

20 schwarze und braune Produkte hergestellt werden, beim Compoundieren entsteht Phosphin, welches Schutzmaßnahmen zur Vermeidung von Gesundheitsgefährdung erfordert, und in Brandfall entsteht starker weißer Rauch. Daher wird bevorzugt auf roten Phosphor verzichtet und dafür der Füllstoffanteil erhöht oder ein sauerstoffhaltiges Polymer verwendet oder zugesetzt.

Die Menge an Magnesiumhydroxid liegt vorzugsweise im Bereich von 70 bis 200 phr und besonders bevorzugt im Bereich von 110 bis 150 phr.

Das Brandverhalten hängt auch sehr stark von weiteren Faktoren ab:

- 30
- Klebstoffbeschichtung
  - Art des Polyolefins
  - Art und Menge von Ruß sowie
  - sonstige Additive.

Daher wird die Menge des Magnesiumhydroxids so hoch gewählt, dass die Wickelfolie

35 flammwidrig ist, das heißt langsam brennend oder selbstverlöschend. Die Brand-

geschwindigkeit der mit Klebmasse beschichteten Wickelfolie nach FMVSS 302 bei waagerechter Probe liegt vorzugsweise unter 300 mm/min, vorzugsweise unter 200 mm/min und besonders bevorzugt unter 70 mm/min, in einer herausragenden Ausführungsform der Wickelfolie ist diese unter diesen Prüfbedingungen selbstverlöschend. Der  
5 Oxygen-Index (LOI) liegt bevorzugt über 19 %, insbesondere über 21 % und besonders bevorzugt über 23 %.

Weitere bei Folien übliche Additive wie Füllstoffe, Pigmente, Alterungsschutzmittel, Nucleierungsmittel, Impactmodifizier oder Gleitmittel und andere können zur Herstellung  
10 der Wickelfolie verwendet werden. Diese Additive werden zum Beispiel im „Kunststoff Taschenbuch“ Hanser Verlag, Hrsg. H. Saechtling, 28. Ausgabe oder „Plastic Additives Handbook“, Hanser-Verlag, Hrsg. H. Zweifel, 5. Auflage beschrieben.

Die vorliegende Erfindung hat hauptsächlich die Abwesenheit von Halogenen und flüchtigen Weichmachern zum Ziel. Wie ausgeführt steigen die thermischen Anforderungen, so  
15 dass zusätzlich eine erhöhte Beständigkeit gegenüber konventionellen PVC-Wickelfolien oder den in Erprobung befindlichen PVC-freien Folienwickelbändern erreicht werden soll. Daher wird die vorliegende Erfindung diesbezüglich im folgenden ausführlich beschrieben.

20

Die erfindungsgemäße Wickelfolie weist vorteilhaft eine Wärmestabilität von mindestens 105 °C nach 3000 Stunden auf, das heißt, dass nach dieser Lagerung noch eine Bruchdehnung von mindestens 100 % vorhanden ist. Sie sollte des weiteren eine Bruchdehnung von mindestens 100 % nach 20 Tagen Lagerung bei 136 °C (Schnelltest) beziehungsweise eine Hitzebeständigkeit von 170 °C (30 min.) aufweisen. In einer hervorragenden Ausgestaltung mit den beschriebenen Antioxidantien und optional auch mit einem Metalldesaktivator werden 125 °C nach 2000 Stunden oder sogar 125 °C nach 3000 Stunden erreicht. Klassische PVC-Wickelfolien auf DOP-Basis weisen eine Wärmestabilität von 85 °C auf, Hochleistungsprodukte auf der Basis von Polymerweichmacher  
25  
30 erreichen 105 °C.

Eine Verträglichkeit zwischen Wickelfolie und den übrigen Kabelbaumkomponenten wie Kabelummantelung, Steckern und Rillrohren ist ebenfalls notwendig und ebenfalls durch Anpassung der Rezepturen, insbesondere bezüglich der Additive, zu erreichen. Als  
35 Negativbeispiel sei die Kombination einer ungeeigneten Polypropylenwickelfolie mit

einem kupferstabilisiertem Polyamidrillrohr aufgeführt, in diesem Fall sind sowohl das Rillrohr als auch die Wickelfolie nach 3000 Stunden 105 °C versprödet.

Zur Erreichung einer guten Alterungsstabilität und Verträglichkeit fällt der Verwendung der richtigen Alterungsschutzmittel eine besondere Rolle zu. Dabei ist auch die Gesamtmenge an Stabilisator zu berücksichtigen, da bei bisherigen Versuchen zur Herstellung solcher Wickelbänder keine oder nur unter 0,3 phr Alterungsschutzmittel verwendet wurden, wie es auch bei Herstellung sonstiger Folien üblich ist. Die erfindungsgemäßen Wickelbänder enthalten in der bevorzugten Ausführungsform mehr als 0,3 und insbesondere mehr als 1 phr Antioxidant (worin ein optionaler Metalldeaktivator nicht eingerechnet ist). In einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Anteil an sekundärem Antioxidant bei mehr als 0,3 phr. Stabilisatoren für PVC-Produkte lassen sich nicht auf Polypropylen übertragen. Sekundäre Antioxidantien bauen Peroxide ab und werden daher bei Dienelastomeren als Teil von Alterungsschutzpaketen verwendet. Überraschend wurde gefunden, dass eine Kombination von primären Antioxidantien (zum Beispiel sterisch gehinderten Phenolen oder C-Radikalfängern) und sekundären Antioxidantien (zum Beispiel Schwefelverbindungen, Phosphiten oder sterisch gehinderten Aminen), wobei die beiden Funktionen auch in einem Molekül vereinigt sein können, die Aufgabe auch bei dienfreien Polyolefinen wie Polypropylen löst. Vor allem wird die Kombination von primärem Antioxidant, vorzugsweise sterisch gehinderten Phenolen mit einem Molekulargewicht von mehr als 500 g/mol (vor allem > 700 g/mol), mit einem phosphitischen sekundären Antioxidant (vor allem mit einem Molekulargewicht > 600 g/mol) bevorzugt. Phosphite oder eine Kombination aus primären und mehreren sekundären Alterungsschutzmitteln werden bei Wickelfolien aus Polypropylencopolymeren bisher nicht eingesetzt. Insbesondere ist die Kombination aus einem wenig flüchtigen primären phenolischen Antioxidants und jeweils einem sekundären Antioxidants aus der Klasse der Schwefelverbindungen (bevorzugt mit einem Molekulargewicht von mehr als 400 g/mol, insbesondere > 500 g/mol) und aus der Klasse der Phosphite geeignet, wobei die phenolische, die schwefelhaltige und die phosphitische Funktionen nicht in drei verschiedenen Molekülen vorliegen müssen, sondern auch mehr als eine Funktion in einem Molekül vereinigt sein kann.

Die erfindungsgemäße Wickelfolie ist vorzugsweise pigmentiert, insbesondere schwarz. Die Einfärbung kann in der Basisfolie, in der Klebstoff- oder einer sonstigen Schicht vorgenommen werden. Die Verwendung von organischen Pigmenten oder Farbstoffen in der

Wickelfolie ist möglich, bevorzugt ist die Verwendung von Ruß. Der Anteil Ruß liegt vorzugsweise bei mindestens 5 phr, insbesondere bei mindestens 10 phr, da er überraschenderweise einen wesentlichen Einfluss auf das Brandverhalten zeigt. Als Ruß können alle Typen wie zum Beispiel Gasruß, Acetylenruß, Thermalruß, Furnaceruß und Flammruß verwendet werden, wobei Flammruß bevorzugt wird, auch wenn zur Einfärbung von Folien Furnaceruße üblich sind. Für eine optimale Alterung werden Rußtypen mit einem pH-Wert im Bereich von 6 bis 8 bevorzugt, insbesondere Flammruß.

Die Herstellung der Wickelfolie erfolgt auf einem Kalandr oder durch Extrusion wie zum Beispiel im Blas- oder Castprozess. Diese Verfahren sind zum Beispiel in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6. Aufl., Wiley-VCH 2002 beschrieben. Der Compound aus den Hauptkomponenten oder allen Komponenten kann in einem Compounder wie Knetter (zum Beispiel Stempelknetter) oder Extruder (zum Beispiel Zweischneckenextruder, Planetwalzenextruder) hergestellt und dann in eine feste Form (zum Beispiel Granulat) überführt werden, welche dann in einer Folienextrusionsanlage oder in einem Extruder, Knetter oder Walzwerk einer Kalandranlage aufgeschmolzen und weiterverarbeitet werden. Hohe Mengen an Füllstoff ergeben leichte Inhomogenitäten (Fehlstellen), welche die Durchschlagspannung stark reduzieren. Der Mischvorgang muss daher so gründlich vorgenommen werden, dass die aus dem Compound gefertigten Folie eine Durchschlagspannung von mindestens 3 kV/100 µm vorzugsweise mindestens 5 kV/100 µm erreicht. Bevorzugt ist die Herstellung von Compound und Folie in einem Arbeitsgang. Die Schmelze wird aus dem Compounder direkt einer Extrusionsanlage oder einem Kalandr zugeführt, wobei die Schmelze gegebenenfalls Hilfseinrichtungen wie Filter, Metalldetektoren oder Walzwerke passieren kann. Die Folie wird beim Herstellprozess so gering wie möglich orientiert, um gute Handeinreißbarkeit, niedrigen Kraftwert bei 1 % Dehnung und niedrigen Schrumpf zu erzielen.

Der Schrumpf der Wickelfolie in Längsrichtung beträgt nach Wärmelagerung (30 Minuten in einem Ofen bei 125 °C auf einer Talkumschicht liegend) weniger als 5 %, vorzugsweise weniger als 3 %.

Die mechanischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Wickelfolie liegen bevorzugt in den folgenden Bereichen:

- Reißdehnung in md (Maschinenrichtung) von 300 bis 1000, besonders bevorzugt von 500 bis 800 %,



- Reißkraft in md im Bereich von 4 bis 15, besonders bevorzugt von 5 bis 8 N/cm, wobei die Folie zur Ermittlung der Daten mit scharfen Klingen zugeschnitten werden.

Die Wickelfolie wird in der bevorzugten Ausführungsform ein- oder beidseitig, bevorzugt einseitig, mit einer Siegel- oder Haftklebebeschichtung versehen, um eine notwendige Fixierung des Wickelendes durch ein Klebeband, Draht oder Verknotung zu vermeiden. Die Menge der Klebstoffschicht beträgt jeweils 10 bis 40 g/m<sup>2</sup>, vorzugsweise 18 bis 28 g/m<sup>2</sup> (das ist die Menge nach einer eventuellen notwendigen Entfernung von Wasser oder Lösungsmittel; die Zahlenwerte entsprechen auch in etwa der Dicke in µm). In einem Fall mit Klebstoffbeschichtung beziehen sich die hier gemachten Angaben zur Dicke und zu dickenabhängigen mechanischen Eigenschaften ausschließlich auf die polypropylenhaltige Schicht der Wickelfolie ohne Berücksichtigung von Klebstoffschicht oder weiterer Schichten, die in Zusammenhang mit Klebstoffschichten vorteilhaft sind. Die Beschichtung muss nicht vollflächig sein, sondern kann auch teilflächig ausgeführt sein. Als Beispiel sei eine Wickelfolie mit je einem haftklebenden Streifen an den Seitenkanten genannt. Diese kann zu etwa rechteckigen Blättern abgeschnitten werden, welche mit dem einem Klebstoffstreifen auf dem Kabelbündel aufgeklebt und dann so weit gewickelt werden, bis der andere Klebstoffstreifen auf der Wickelfoliendrückseite verklebt werden kann. Eine solche schlauchartige Umhüllung, ähnlich einer Sleeve-Verpackung, weist den Vorteil auf, dass die Biegsamkeit des Kabelbaumes durch die Umwicklung praktisch nicht verschlechtert wird.

Als Klebstoff kommen alle gängigen Typen in Frage, vor allem auf Basis von Kautschuk. Solche Kautschuke können zum Beispiel Homo- oder Copolymere des Isobutylens, des 1-Butens, des Vinylacetats, des Ethylens, von Acrylsäureestern, des Butadiens oder des Isoprens sein. Besonders geeignet sind Rezepturen auf Basis von Polymeren basierend auf Acrylsäureestern, Vinylacetat oder Isopren.

Zur Optimierung der Eigenschaften kann die zum Einsatz kommende Selbstklebemasse mit einem oder mehreren Additiven wie Klebrigmachern (Harzen), Weichmachern, Füllstoffen, Flammenschutzmitteln, Pigmenten, UV-Absorbern, Lichtschutz-, Alterungsschutzmitteln, Photoinitiatoren, Vernetzungsmitteln oder Vernetzungspromotoren abgemischt sein. Klebrigmacher sind beispielsweise Kohlenwasserstoffharze (zum Beispiel Polymere auf Basis ungesättigter C<sub>5</sub>- oder C<sub>9</sub>-Monomere), Terpenphenolharze, Polyterpenharze aus Rohstoffen wie zum Beispiel α- oder β-Pinen, aromatische Harze wie Cumaron-

Inden-Harze oder Harze auf Basis Styrol oder  $\alpha$ -Methylstyrol, wie Kolophonium und seine Folgeprodukte, zum Beispiel disproportionierte, dimerisierte oder veresterte Harze, zum Beispiel Umsetzungsprodukte mit Glycol, Glycerin oder Pentaerythrit, um nur einige zu nennen, sowie weitere Harze (wie beispielsweise aufgeführt in Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 12, Seiten 525 bis 555 (4. Aufl.), Weinheim). Bevorzugt werden Harze ohne leicht oxidierbare Doppelbindungen wie Terpenphenolharze, aromatische Harze und besonders bevorzugt Harze, die durch Hydrierung hergestellt sind wie zum Beispiel hydrierte Aromatenharze, hydrierte Polycyclopentadienharze, hydrierte Kolophoniumderivate oder hydrierte Terpenharze.

Geeignete Füllstoffe und Pigmente sind beispielsweise Ruß, Titandioxid, Calciumcarbonat, Zinkcarbonat, Zinkoxid, Silicate oder Kieselsäure. Geeignete beimischbare Weichmacher sind beispielsweise aliphatische, cycloaliphatische und aromatische Mineralöle, Di- oder Poly-Ester der Phthalsäure, Trimellitsäure oder Adipinsäure, flüssige Kautschuke (zum Beispiel niedermolekulare Nitril- oder Polyisoprenkautschuke), flüssige Polymerisate aus Buten und/oder Isobuten, Acrylsäureester, Polyvinylether, Flüssig- und Weichharze auf Basis der Rohstoffe von Klebharzen, Wollwachs und andere Wachse oder flüssige Silikone. Vernetzungsmittel sind beispielsweise Isocyanate, Phenolharze oder halogenierte Phenolharze, Melamin- und Formaldehydharze. Geeignete Vernetzungspromotoren sind zum Beispiel Maleinimide, Allylester wie Triallylcyanurat, multifunktionelle Ester der Acryl- und Methacrylsäure. Alterungsschutzmittel sind beispielsweise sterisch gehinderte Phenole, die zum Beispiel unter dem Handelsnamen Irganox™ bekannt sind.

Eine Vernetzung ist vorteilhaft, da die Scherfestigkeit (zum Beispiel ausgedrückt als Holding Power) erhöht wird und sich damit die Neigung zu Deformationen der Rollen bei Lagerung (Teleskopieren oder Bildung von Hohlstellen, auch Gaps genannt) verringert. Auch das Ausquetschen der Haftklebermasse wird verringert. Dies drückt sich in klebfreien Seitenkanten der Rollen und klebfreien Kanten bei der spiralig um Kabel geführten Wickelfolie aus. Die Holding Power liegt vorzugsweise oberhalb von 150 min.

Die Klebkraft auf Stahl sollte im Bereich von 1,5 bis 3 N/cm liegen.

Zusammenfassend weist die bevorzugte Ausführungsform einseitig eine lösungsmittelfreie Selbstklebmasse auf, welche durch Coextrusion, Schmelz- oder Dispersions-

beschichtung zustande gekommen ist. Dispersionsklebstoffe sind bevorzugt insbesondere solche auf Polyacrylat-Basis.

- 5 Vorteilhaft ist die Verwendung einer Primerschicht zwischen Wickelfolie und Klebmasse zur Verbesserung der Haftung der Klebmasse auf der Wickelfolie und somit der Vermeidung von Übertragung von Klebstoff auf die Folienrückseite während des Abwickelns der Rollen.

- 10 Als Primer sind die bekannten Dispersion- und Lösungsmittelsysteme verwendbar zum Beispiel auf Basis von isopren- oder butadienhaltigen Kautschuk und/oder Cyclokautschuk. Isocyanate oder Epoxyharze als Additive verbessern die Haftung und erhöhen zum Teil auch die Scherfestigkeit des Haftklebstoffes. Physikalische Oberflächenbehandlungen wie Beflammung, Corona oder Plasma oder Coextrusionsschichten sind ebenfalls geeignet, die Haftung zu verbessern. Besonders bevorzugt ist die Anwendung  
15 solcher Verfahren auf lösungsmittelfreie Klebstoffschichten, insbesondere solche auf Acrylatbasis.

- 20 Eine Beschichtung der Rückseite kann durch bekannte Releasemittel (gegebenenfalls mit anderen Polymeren abgemischt) erfolgen. Beispiele sind Stearyl-Verbindungen (zum Beispiel Polyvinylstearylcarbamate, Stearylverbindungen von Übergangsmetallen wie Cr oder Zr, Harnstoffe aus Polyethylenimin und Stearylisocyanat, Polysiloxane (zum Beispiel als Copolymer mit Polyurethanen oder als Propfcopolymer auf Polyolefin), thermoplastische Fluorpolymere. Der Begriff Stearyl steht als Synonym für alle geraden oder verzweigten Alkyle oder Alkenyle mit einer C-Zahl von mindestens 10 wie zum Beispiel Octadecyl.

- 30 Beschreibungen der üblichen Klebmassen sowie Rückseitenbeschichtungen und Primern finden sich zum Beispiel in „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“, D. Satas, (3. Auflage). Die genannten Rückseiten-Primer- und Klebebeschichtungen sind in einer Ausführungsform durch Coextrusion möglich.

- 35 Die Ausführung der Folienrückseite kann aber auch zur Erhöhung der Haftung der Klebmasse auf der Wickelfolienrückseite (zum Beispiel zur Steuerung der Abrollkraft) dienen. Bei polaren Klebstoffen wie zum Beispiel auf Basis von Acrylatpolymeren ist die Rückseitenhaftung auf einer Folie auf Basis von Polypropylenpolymeren oft nicht ausreichend.

Zur Erhöhung der Abrollkraft wird eine Ausführungsform beansprucht, bei der polare Rückseitenoberflächen durch Coronabehandlung, Flammvorbehandlung oder Beschichtung/Coextrusion mit polaren Rohstoffen erzielt werden. Alternativ wird eine Wickelfolie beansprucht, bei welchem die Stangenware vor dem Schneiden getempert (in der Wärme gelagert) wurde. Beide Verfahren können auch in Kombination angewandt werden. Die erfindungsgemäße Wickelfolie weist bevorzugt eine Abrollkraft von 1,2 bis 6,0 N/cm, ganz besonders bevorzugt von 1,6 bis 4,0 N/cm und insbesondere 1,8 bis 2,5 N/cm bei 300 mm/min Abrollgeschwindigkeit auf. Das Tempern ist bei PVC-Wickelbändern bekannt, jedoch aus einem anderen Grund. Weich-PVC-Folien besitzen im Gegensatz zu teilkristallinen Polypropylenpolymerfolien einen breiten Erweichungsbereich und, da die Klebmasse durch den ausgewanderten Weichmacher wenig scherfest ist, neigen PVC-Wickelbänder zum Teleskopieren. Diese unvorteilhafte Rollendeformation, bei welcher der Kern aus den Rollen seitlich herausgedrückt wird, kann verhindert werden, wenn das Material vor dem Schneiden längere Zeit gelagert wird oder kurze Zeit einer Temperung (befristete Lagerung in der Wärme) unterworfen wird. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich jedoch um einer Temperung zur Erhöhung der Abrollkraft von Material mit unpolarer Polypropylenrückseite und polarem Klebmasse, wie Polyacrylat oder EVA, da diese Klebmasse auf Polypropylen im Vergleich zu PVC eine extrem geringe Rückseitenhaftung aufweisen. Eine Erhöhung der Abrollkraft durch Temperung oder physikalische Oberflächenbehandlung ist bei Weich-PVC-Wickelbändern nicht notwendig, da die üblicherweise eingesetzten Klebmassen eine hinreichend hohe Haftung auf der polaren PVC-Oberfläche besitzen. Bei Polyolefinwickelfolien ist die Bedeutung der Rückseitenhaftung besonders ausgeprägt, da aufgrund der höheren Kraft bei 1 % Dehnung (bedingt durch das Flammenschutzmittel und das Fehlen konventioneller Weichmacher) im Vergleich zu PVC-Folie eine deutlich höhere Rückseitenhaftung beziehungsweise Abrollkraft notwendig ist, um eine hinreichende Dehnung beim Abrollen für die Applikation bereitzustellen. Die bevorzugte Ausführungsform der Wickelfolie wird daher durch Temperung oder physikalische Oberflächenbehandlung hergestellt, um eine herausragende Abrollkraft und Dehnung während der Abrollung zu erreichen, wobei die Abrollkraft bei 300 mm/min vorzugsweise um mindestens 50 % höher liegt als ohne eine solche Maßnahme.

Die erfindungsgemäße Wickelfolie ist ausgezeichnet zum Umwickeln von langgestrecktem Gut wie Lüftungsrohren im Klimabau, Feldspulen oder Kabelsätzen in Fahrzeugen

geeignet, da die hohe Flexibilität eine gute Anschließbarkeit auf Drähten, Kabeln, Nieten, Sicken und Falzen sichert.

- 5 Den heutigen arbeitshygienischen und ökologischen Anforderungen wird Rechnung getragen, indem auf den Einsatz halogenhaltiger Rohstoffen verzichtet wird, dies gilt auch für flüchtige Weichmacher, es sei denn die Mengen sind so gering, dass der Fogging-Wert über 90 % liegt. Die Halogenfreiheit ist für die thermische Verwertung von Abfällen, die solche Wickelbänder enthalten, von außerordentlicher Bedeutung (zum Beispiel Müllverbrennung der Kunststofffraktion vom Fahrzeugrecycling). Das erfindungsgemäße Produkt ist halogenfrei in dem Sinne, dass der Halogengehalt der Rohstoffe so
- 10 niedrig ist, dass er für die Flammwidrigkeit keine Rolle spielt. Halogene in Spurenmengen, wie sie durch Verunreinigungen oder als Rückstände von Katalysatoren (zum Beispiel aus der Polymerisation von Polymeren) oder als Prozesshilfsmittel zum Beispiel
- 15 Fluor-Elastomere auftreten könnten, bleiben unberücksichtigt. Der Verzicht auf Halogene zieht die Eigenschaft der leichten Brennbarkeit nach sich, was den Sicherheitserfordernissen in elektrischen Anwendungen wie Haushaltsgeräten oder Fahrzeugen nicht entspricht. Die mangelnde Flexibilität und die schlechte Flammwidrigkeit bei der Verwendung üblicher PVC-Ersatzmaterialien wie Polypropylen, Polyethylen, Polyestern, Polystyrol, Polyamid oder Polyimid für die Wickelfolie wird durch den Einsatz einer Mischung aus
- 20 einem weichen Polypropylencopolymer (mit niedrigem Biegemodul) und einem Flammenschutzmittel vorzugsweise Magnesiumhydroxid erreicht. Die Flexibilität einer Wickelfolie ist aber von herausragender Bedeutung, da bei Anwendung auf Drähten und Kabeln nicht nur spiralgewickelt, sondern an Verzweigungsstellen, Steckern oder Befestigungsclipsen auch faltenfrei kurvenflexibel gewickelt werden muss. Darüber hinaus ist erwünscht, dass die Wickelfolie den Kabelstrang elastisch zusammenzieht. Dieses Verhalten ist auch zur Abdichtung der Lüftungsrohre notwendig. Diese mechanischen Eigenschaften können nur von einem weichen flexiblen Wickelband erreicht werden.
- 30 Neben diesen Anforderungen spielt auch die Verarbeitbarkeit der Wickelbänder eine große Rolle. Da das Verarbeiten der Wickelbänder vor allem von Hand erfolgt, wird vom Verarbeiter aus ökonomischen Gründen eine Wickelfolie mit einer hohen Flexibilität, die auch ohne Zuhilfenahme von Hilfsmitteln wie Scheren oder Messer leicht von Hand einreißbar ist, verlangt.

Der Begriff Handeinreißbarkeit beinhaltet sowohl ein Einreißen von der Seite mit zwei Händen zwischen Daumen und Zeigefinger als auch ruckartiges Abreißen in Längsrichtung. Wie dem Fachmann geläufig ist, sind bei Folien beziehungsweise daraus hergestellten Klebebändern die gleichzeitige Anforderung an leichte Dehnbarkeit und leichter Handeinreißbarkeit unvereinbar. Vereinfacht ausgedrückt sind Folien üblicherweise entweder weich und dehnbar oder spröde und handeinreißbar. Zur Verbesserung der Handeinreißbarkeit kann bei Herstellung der Klebebandrollen raue Schnittkanten erzeugt, die bei mikroskopischer Betrachtung Risse ausbilden, die ein Weiterreißen begünstigen. Dies ist möglich durch die Anwendung von Quetschschnitt mit stumpfen oder definiert gezackten rotierenden Messern oder durch Abstechschnitt mit stumpfen feststehenden Klingen. Diese Methode der Verbesserung der Handeinreißbarkeit ist jedoch nur bei harten (spröden) oder halbharten Folien wirksam. Bei weichen Folien, wie im Fall der vorliegenden Erfindung, hat diese Methode kaum Auswirkung auf die Handeinreißbarkeit.

Zur Verbesserung der Handeinreißbarkeit werden üblicherweise bei Herstellung der Klebebandrollen raue Schnittkanten erzeugt, die bei mikroskopischer Betrachtung Risse ausbilden, die ein Weiterreißen begünstigen. Dies ist möglich durch die Anwendung von Quetschschnitt mit stumpfen oder definiert gezackten rotierenden Messern oder durch Abstechschnitt mit stumpfen feststehenden Klingen. Dieses Verfahren ist jedoch auf harte und halbharte Trägermaterialien wie Hart-PVC- oder verstreckte Polypropylenfilme begrenzt. Bei sehr flexiblen Materialien wie den Wickelfolien werden dagegen keine zufriedenstellenden Ergebnisse erzielt.

### Prüfmethoden

Die Messungen werden bei einem Prüfklima von  $23 \pm 1$  °C und  $50 \pm 5$  % rel. Luftfeuchte durchgeführt.

Das Zugdehnungsverhalten der Wickelfolie wird an Prüflingen vom Typ 2 (rechteckige 150 mm lange und nach Möglichkeit 15 mm breite Prüfstreifen) nach DIN EN ISO 527-3/2/300 mit einer Prüfgeschwindigkeit von 300 mm/min, einer Einspannlänge 100 mm und einer Vorkraft von 0,3 N/cm ermittelt. Im Fall von Mustern mit rauen Schnittkanten sind die Kanten mit einer scharfen Klinge vor dem Zugversuch zu besäumen. Für die Bestimmung der Kraft oder Spannung bei 1 % Dehnung wird hiervon abweichend mit

einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min und einer Vorkraftseinstellung von 0,5 N/cm an einer Zugprüfmaschine Modell Z 010 (Hersteller Zwick) gemessen. Die Prüfmaschine ist angegeben, weil der 1 %-Wert etwas von dem Auswertungsprogramm beeinflusst werden kann. Das Zugdehnungsverhalten wird, wenn nicht anders angegeben, in Maschinenrichtung (MD, Laufrichtung) geprüft. Die Kraft wird in N/Streifenbreite und die Spannung in N/Streifenquerschnitt ausgedrückt, die Bruchdehnung in %. Die Prüfergebnisse, insbesondere die Bruchdehnung (Reißdehnung), sind durch eine hinreichende Zahl von Messungen statistisch abzusichern.

- 10 Die Klebkräfte werden bei einem Abzugswinkel von 180° nach AFERA 4001 an (nach Möglichkeit) 15 mm breiten Teststreifen bestimmt. Hierbei werden Stahlplatten nach AFERA-Norm als Prüfuntergrund verwendet, soweit kein anderer Haftgrund genannt ist.

- 15 Die Dicke der Wickelfolie wird nach DIN 53370 bestimmt. Eine eventuelle Haftklebstoffschicht wird von der gemessenen Gesamtdicke abgezogen.

Die Holding Power wird nach der PSTC 107 (10/2001) bestimmt, wobei das Gewicht 20 N beträgt und die Maße der Verklebungsfläche 20 mm in der Höhe und 13 mm in der Breite beträgt.

20

Die Abrollkraft wird bei 300 mm/min nach DIN EN 1944 gemessen.

Die Handeinreißbarkeit lässt sich nicht in Zahlen ausdrücken, auch wenn Bruchkraft, Bruchdehnung und Schlagzugzähigkeit (alles längs gemessen) von wesentlichem Einfluss sind.

#### Bewertung:

- |    |     |   |  |
|----|-----|---|--|
|    | +++ | = | sehr leicht,   |
|    | ++  | = | gut,   |
| 30 | +   | = | noch verarbeitbar,   |
|    | -   | = | schwer verarbeitbar,   |
|    | --  | = | nur mit hohem Kraftaufwand abreißbar, die Enden sind unsauber, |
|    | --- | = | nicht verarbeitbar   |

Das Brandverhalten wird nach MVSS 302 bei waagerechter Probe gemessen. Im Fall einer einseitigen Haftkleberbeschichtung liegt diese nach oben. Als weitere Methode wird eine Prüfung des Oxygen-Index (LOI) vorgenommen. Hierfür wird unter den Bedingungen der JIS K 7201 geprüft.

5

Die Wärmestabilität wird in Anlehnung an ISO/DIN 6722 bestimmt. Der Ofen wird nach ASTM D 2436-1985 mit 175 Luftwechseln pro Stunde betrieben. Die Prüfzeit beträgt 3000 Stunden. Als Prüftemperaturen werden 85 °C (Klasse A), 105 °C (ähnlich Klasse B aber nicht 100 °C) und 125 °C (Klasse C) gewählt. Die Schnellalterungen erfolgen bei 136 °C, die Prüfung gilt als bestanden, wenn die Reißdehnung nach 20 Tagen Alterung noch mindestens 100 % beträgt.

10

Bei der Verträglichkeitsprüfung wird die Wärmelagerung auf handelsüblichen Leitern (Kabeln) mit Polyolefinisolierung (Polypropylen oder strahlenvernetztes Polyethylen) für Kraftfahrzeuge durchgeführt. Hierfür werden Probekörper aus 5 Leitern von 3 bis 6 mm<sup>2</sup> Querschnitt und 350 mm Länge mit Wickelfolie durch Umwicklung mit 50 %-iger Überlappung hergestellt. Nach der 3000 Stunden-Alterung der Probekörper im Umluftofen (Bedingungen wie bei der Prüfung der Wärmestabilität) werden die Proben bei 23 °C konditioniert und nach ISO/DIN 6722 von Hand um einen Dorn gewickelt, der Wickeldorn einen Durchmesser von 5 mm, das Gewicht hat eine Masse von 5 kg und die Wickelgeschwindigkeit beträgt 1 Umdrehung pro Sekunde. Die Muster werden anschließend visuell auf Fehler in der Wickelfolie und in der Drahtisolierung unter der Wickelfolie untersucht. Der Test ist nicht bestanden, wenn Risse in der Drahtisolierung erkennbar sind, insbesondere wenn dies schon vor dem Biegen auf dem Wickeldorn erkennbar ist. Wenn die Wickelfolie Risse aufweist oder im Ofen geschmolzen ist, gilt der Test ebenfalls als nicht bestanden. Bei der 125 °C-Prüfung wurden teilweise auch Muster zu anderen Zeitpunkten geprüft. Als Prüfzeit gelten 3000 Stunden soweit nicht im Einzelfall ausdrücklich anders beschrieben.

15

20

Die Kurzzeitwärmebeständigkeit wird an Kabelbündeln aus 19 Drähten der Type TW mit 0,5 mm<sup>2</sup> Querschnitt, welche in ISO 6722 beschrieben sind, gemessen. Hierzu wird die Wickelfolie mit 50 % Überlappung auf das Kabelbündel gewickelt, das Kabelbündel um einen Dorn von 80 mm Durchmesser gebogen und in einem Umluftofen bei 140 °C gelagert. Nach 168 Stunden wird das Muster dem Ofen genommen und auf Beschädigungen (Risse) überprüft.

35



Für die Ermittlung der Hitzebeständigkeit wird die Wickelfolie 30 min bei 170 °C gelagert, 30 min auf Raumtemperatur abgekühlt und mit mindestens 3 Windungen mit 50 %-iger Überlappung um einen Dorn von 10 mm Durchmesser gewickelt. Danach wird das Muster auf Beschädigungen (Risse) überprüft.

Beim Kältetest wird der oben beschriebene Probekörper in Anlehnung an ISO/DIS 6722 4 Stunden auf -40 °C abgekühlt und die Probe von Hand auf einen Dorn von 5 mm Durchmesser gewickelt. Die Muster werden visuell auf Fehler (Risse) im Klebeband geprüft.

Die Durchschlagspannung wird nach ASTM D 1000 gemessen. Als Zahl wird der höchste Wert genommen, dem das Muster bei dieser Spannung eine Minute standhält. Diese Zahl wird auf eine Probendicke von 100 µm umgerechnet.

Beispiel:

Eine Probe von 200 µm Dicke hält nach einer Minute eine maximale Spannung von 6 kV stand, die berechnete Durchschlagspannung beträgt 3 kV/100 µm.

Der Fogging-Wert wird nach DIN 75201 A ermittelt.

Folgende Beispiele sollen die Erfindung erläutern, ohne deren Umfang zu beschränken.

Tabellarische Zusammenstellung der für die Versuche verwendeten Rohstoffe  
(die Messbedingungen und Einheiten werden zum Teil weggelassen, siehe Prüfmetho-  
den)

Rohstoff	Hersteller	Beschreibung	Technische Daten
A 0750	Union Carbide	Aminosilan	Vernetzer
Acronal DS 3458	BASF	Acrylathftklebmasse	Schmelzhaftkleber
Adflex KS 359 P	Basell	Ethylenmodifiziertes Polypropylen-homopolymer	Biegemodul = 83 MPa, MFI = 12, T <sub>cr</sub> = 154 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 10 MPa, Yieldspannung 5,0 MPa $\sigma = 17,2 \text{ J}^{\frac{1}{2}}/\text{cm}^{\frac{3}{2}}$
Airflex EAF 60	Air Products	EVA-Haftklebmasse	Dispersionshaftkleber
AMEO T	Hüls AG	Aminosilan	Vernetzer
Antimonoxid TMS	Great Lakes	Diantimontrioxid	
Attane SL 4100	Dow	ULDPE	D = 0,912; MFI = 1 $\sigma = 16,1 \text{ J}^{\frac{1}{2}}/\text{cm}^{\frac{3}{2}}$
Baerostab UBZ 639	Baerlocher	Stabilisator-Batch	
Brucit 15 $\mu$	Lehmann & Voss	Gemahltes Magnesiumhydroxid,	d <sub>50</sub> = 4 $\mu\text{m}$ , d <sub>97</sub> = 18 $\mu\text{m}$ unregelmäßig kugelig, Gehalt an Calciumcarbonat 2,4 %, 0,5 % Stearinsäure
Carbon Black FEF	Shama Chemical	Furnaceruß	pH = 10
Cataloy KS-021 P	SKD Sunrise	EP modifiziertes PP-Homopolymer, Pfropfung im Cataloyverfahren	Biegemodul = 228 MPa, MFI = 0,9, T <sub>cr</sub> = 154 °C, Dichte = 0,89, Bruchspannung 12 MPa, Yieldspannung 6,9 MPa
Cataloy KS-353 P	SKD Sunrise	EP modifiziertes PP-Homopolymer, Pfropfung im Cataloyverfahren	Biegemodul = 83 MPa, MFI = 0,45, T <sub>cr</sub> = 154 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 10 MPa, Yieldspannung 6,2 MPa
DE 83 R	Great Lakes	Decabromdiphenyloxid	
Desmodur Z 4470 MPA/X	Bayer	Isocyanat	Vernetzer

EDAP	Albright & Wilson	Ethylendiamin-phosphat	
Elvax 470	DuPont	EVA	VAc = 18 %, MFI = 0,7 $\sigma = 18,6 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Epsyn 7506	Copolymer	EPDM-Kautschuk	$\sigma = 16,9 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Escorene UL 00112	Exxon	EVA	VAc = 12 %, MFI = 1 $\sigma = 18,2 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Escorene UL 00119	Exxon	EVA	VAc = 19 %, MFI = 1 $\sigma = 18,6 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Escorene UL 02133	Exxon	EVA	VAc = 33 %, MFI = 21 $\sigma = 18,6 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
ESI DE 200	Dow	Ethylen-Styrol-Interpolymer	$\sigma = 16,8 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Evaflex A 702	DuPont	EEA	EA = 19 %, MFI = 5 $\sigma = 18,6 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Evaflex P 1905	DuPont	EVA	VAc = 19 %, MFI = 5 $\sigma = 18,7 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
EVAL 105 B	EVAL	Poly-Ethylen-Vinylalkohol	44% Ethylen, MFI = 5,5 $\sigma = 19,1 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Evatane 1005 VN4	Elf Atochem	EVA	VAc = 14 %, MFI = 0,7 $\sigma = 18,3 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Evatane 2805	Elf Atochem	EVA	VAc = 28 %, MFI = 5 $\sigma = 18,8 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Flammruß 101	Degussa	Flammruß	pH = 7,5
Irgafos 168	Ciba-Geigy	Sekundäres Antioxidant	Phosphit
Irganox 1010	Ciba-Geigy	Primäres Antioxidant	Sterisch gehindertes Phenol
Irganox 1076	Ciba-Geigy	Primäres Antioxidant	Sterisch gehindertes Phenol
Irganox MD 1024	Ciba-Geigy	Metalldeaktivator	Schwermetallfänger
Irganox PS 800	Ciba-Geigy	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
Irganox PS 802	Ciba-Geigy	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
JB 720	Johnson	Acrylathafklebmasse	Dispersionshafkleber
Kisuma 5 A	Kisuma	Gefälltes Magnesiumhydroxid	$d_{50} = 1,0 \text{ } \mu\text{m}$ , plättchenförmig
Levapren 450	Beyer	EVA	VAc = 45 % $\sigma = 20,0 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Lupolex 18E FA	Basell	LLDPE	Dichte = 0,919, MFI = 0,5 $\sigma = 16,1 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Luwax AL 3	BASF	Gleitmittel	
Magnifin H 5 GV	Martinswerk	Gefälltes Magnesiumhydroxid	$d_{50} = 1,35 \text{ } \mu\text{m}$ , plättchenförmig, Polymercoating
Magshizu N-3	Konoshima Chemical	Gefälltes Magnesiumhydroxid	$d_{50} = 1,1 \text{ } \mu\text{m}$ , plättchenförmig, Fettsäurecoating
Martinal 99200-08	Martinswerk	Aluminiumhydroxid	Coating
Melapur MC 25	DSM	Flammschutzmittel	Melamincyanurat

Novaexcel F-5	Rinkagaku/ Phosphorous Chemical	Roter Phosphor	
Pacrel 637	Opatech	vernetztes Polyacrylat gebatcht in PP	$\sigma = 21,2 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
PEG 6000	Bayer	Polyethylenglycol	6000 g/mol $\sigma = 19,5 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Petrothene PM 92049	Equistar	Rußmasterbatch aus Fumaceruß	pH = 9, 40 % Fumaceruß in Poly- ethylen
Polymer A		EP modifiziertes PP- Random-Copolymer aus Reaktorkaskade, Gas- phasenverfahren	Biegemodul = 80 MPa, MFI = 0,6, Tcr = 142 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 23 MPa, Yieldspannung 6 MPa $\sigma = 17,1 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Polymer B		EP modifiziertes PP- Random-Copolymer aus Reaktorkaskade, Gas- phasenverfahren	Biegemodul = 80 MPa, MFI = 8, Tcr = 142 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 16 MPa, Yieldspannung 6 MPa $\sigma = 17,1 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Polymer C		EP modifiziertes PP- Random-Copolymer aus Reaktorkaskade, Gas- phasenverfahren	Biegemodul = 30 MPa, MFI = 0,6, Tcr = 141 °C, Dichte = 0,87, Bruchspannung 10 MPa $\sigma = 16,8 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Primal PS 83D	Rohm & Haas	Acrylathafklebmasse	Dispersionshaftkleber
Raven PFEB	Polyplast	Ruß Masterbatch	
Rikidyne BDF 505	Vig te Qnos	Acrylathafklebmasse	Lösungshaftkleber
RTP 1800	RTP	PMMA	$\sigma = 20,2 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
RTP 200	RTP	Polyamid	Nylon 6/6 $\sigma = 22,1 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Seast 3 H	Tokai Carbon	Fumaceruß	pH = 9,5
SH 3	Dow Chemical	Calciumcarbonat- Masterbatch	
Tinuvin 622 LD	Ciba-Geigy	Lichtschutzmittel	Gehindertes Amin
Tuftec M-1943	Asahi Chemical	Dien-Styrol-Elastomer	$\sigma = 16,7 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$
Ultrinox 626	GE	Primäres Antioxidant	Sterisch gehindertes Phenol
Vinnapas B 100	Wacker	Polyvinylacetat	$\sigma = 20,9 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$

### Beispiel 1

Zur Herstellung des Trägerfilmes werden zunächst in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder 90 phr Polymer A, 10 phr Vinnapas B 100 160 phr Magnifin H 5 GV, 10 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802 und 0,3 phr Irgafos 168 compoundingiert. Das Magnifin wird zu je 1/3 in den Zonen 1, 3, und 5 zugegeben.

Die Compoundschmelze wird von der Düse des Extruders zu einem Walzwerk, von dort durch einen Strainer geführt und danach über ein Förderband in den Spalt eines Kalenders vom Typ „inverted L“ gespeist. Mit Hilfe der Kalenderwalzen wird ein Film mit glatter Oberfläche in einer Breite von 1500 mm und einer Dicke von 0,08 mm (80 µm) ausgeformt und auf Thermofixierwalzen nachkristallisiert. Der Film wird eine Woche gelagert, auf der Beschichtungsanlage mit Walzen bei 60 °C zur Verbesserung der Planlage egalisiert und nach einer Coronabehandlung mit einem wässrigen Acrylathafkleber Primal PS 83 D mittels eines Rakels mit einem Auftragsgewicht von 24 g/m<sup>2</sup> aufgetragen. Die Trocknung der Kleberschicht erfolgt im Trockenkanal bei 70 °C, die fertige Wickelfolie wird zu Stangen mit 33 m Lauflänge auf 1-Zoll-Kern (25 mm) gewickelt. Das Schneiden erfolgt durch Abstechen der Stangen mittels feststehender Klinge mit nicht sehr spitzem Winkel (straight knife) in 29 mm breite Rollen. Wie auch bei den nachfolgenden Beispielen im Abstechschnitt wird ein Automat aus den in der Beschreibung der Erfindung aufgeführten Gründen eingesetzt.

Diese selbstklebende Wickelfolie zeigt trotz des hohen Füllstoffanteiles eine gute Flexibilität. Die Wickelfolie zeichnet sich durch sehr gute Verarbeitbarkeit und Handeinreißbarkeit aus. Die Alterungsbeständigkeit und die Verträglichkeit mit PP- und PA-Kabeln und Polyamidrillrohr sind herausragend.

### Beispiel 2

Der Compound wird einem Stiftextruder (Buss) ohne Ruß mit Unterwassergranulierung hergestellt. Nach dem Trocknen wird der Compound in einem Mischer mit dem Rußmasterbatch gemischt.

Die Trägerfolie wird auf einer Blasfolienextrusionsanlage mit nachfolgender Rezeptur hergestellt: 75 phr Polymer B, 15 phr Pacrel 637, 160 phr Magnifin H 5 GV, 20 phr eines Masterbatches aus 50 % Flammruß 101 und 50 % Polyethylen, 0,8 phr Irganox 1076, 0,8 phr Irganox PS 800, 0,2 phr Ultrinox 626.

5

Der Folienschlauch wird geschlitzt und mit einem Dreieck zu einer flachen Bahn geöffnet und über eine Thermofixierstation geführt, einseitig coronabehandelt und eine Woche zur Nachkristallisation gelagert. Die Folie wird an der Beschichtungsanlage über 5 Vorwärmwalzen zu Egalisierung (Verbesserung der Planlage) geführt, ansonsten erfolgt die Beschichtung mit Haftkleber analog Beispiel 1, die allerdings zusätzlich 10 Gew.-% Melapur MC 25 enthält, die Stangen werden 5 Stunden bei 65 °C getempert und analog Beispiel 1 geschnitten.

10

15

Ohne Thermofixierung weist die Folie einen deutlichen Schrumpf (in der Breite 5 %, längs nicht gemessen) während des Trocknungsvorgangs auf. Die Planlage der frisch hergestellten Folie ist gut, sie wird gleich nach der Extrusion beschichtet, leider sind die Rollen nach drei Wochen Lagerung beim 23 °C schon deutlich teleskopiert.

Dieses Problem ist auch durch Temperung der Stangen (10 Stunden bei 70 °C) nicht zu beseitigen.

20

Das Telekopieren kann durch eine Lagerung Folie von 1 Woche vor dem Beschichten sowie durch das Aufwickeln der beschichteten Folie auf schaumstoffummantelten Kernen verhindert werden.

25

Die Folie zeichnet sich durch eine ausgezeichnete Verarbeitbarkeit inklusive Handeinreißbarkeit sowie einer sehr guten Alterungsbeständigkeit aus.

### Beispiel 3

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:

Der Compound besteht aus 90 phr Polymer A, 10 phr PEG 6000, 120 phr Brucit 15 $\mu$ , 15  
 5 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802, 0,3 phr Irgafos 168  
 und 1 phr Irganox MD 1024. Das Brucit wird zu je  $\frac{1}{2}$  in den Zonen 1 und 5 zugeben.

Die daraus hergestellte Trägerfolie wird einer einseitigen Flammvorbehandlung unter-  
 zogen und nach 10 Tagen Lagerung mit Acronal DS 3458 mittels eines Walzenauftrags-  
 10 werks bei 50 m/min beschichtet. Die Temperaturbelastung des Trägers wird durch eine  
 gekühlte Gegendruckwalze reduziert. Der Masseauftrag beträgt ca. 35 g/m<sup>2</sup>. Eine geeig-  
 nete Vernetzung wird in-line vor der Aufwicklung durch Bestrahlung mit einer UV-Anlage  
 erreicht, die mit 6 Mitteldruck-Hg-Lampen à 120 W/cm ausgestattet ist. Die bestrahlte  
 Bahn wird zu Stangen mit 33 m Lauflänge auf 1 1/4-Zoll-Kern (31 mm) gewickelt. Die  
 15 Stangen werden zur Erhöhung der Abrollkraft 5 Stunden in einem Ofen bei 60 °C getem-  
 pert.

Diese Wickelfolie zeichnet eine noch höhere Flexibilität als die aus Beispiel 1 aus. Die  
 Brandgeschwindigkeit ist für die Anwendung als ausreichend. Die Folie weist eine leicht  
 20 matte Oberfläche auf. Bei der Applikation lässt sich das Wickelband sehr leicht von Hand  
 verarbeiten und abreißen.

### Beispiel 4

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 2 mit folgenden Änderungen:

Der Compound besteht aus 80 phr Polymer B, 10 phr Evaflex A 702, 10 phr EVAI 105 B,  
 160 phr Kisuma 5A, 10 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802  
 und 0,3 phr Irgafos 168.

30

Die Folie wird vor der Wickelstation des Kalanders coronabehandelt und auf diese Seite  
 der Klebmasse Rikidyne BDF 505 (unter Zugabe von 1 Gew.-% Desmodur Z 4470  
 MPA/X auf 100 Gewichtsteile Klebmasse auf Trockengehalt berechnet) mit 23 g/m<sup>2</sup> auf-  
 getragen. Der Kleber wird in einem Wärmekanal getrocknet und dabei chemisch vernetzt,  
 35 am Ende des Trockners zu Jumbos gewickelt, nach 1 Woche auf der nicht beschichteten

Seite leicht coronabehandelt und dabei zu Stangen mit 25 m Lauflänge umgewickelt. Diese werden in einem Ofen 1 Stunde bei 100 °C gelagert und anschließend zu Rollen geschnitten.

- 5 Diese Wickelfolie weist ausgeglichene Eigenschaften in Flexibilität, Verarbeitbarkeit und Handeinreißbarkeit auf.

### Beispiel 5

10

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:

Der Compound besteht aus 72 phr Polymer A, 10 phr RPT 200, 120 phr Magnifin H 5 GV, 30 phr Raven PFEB, 2 phr Irganox 1010, 1,0 phr Irganox PS 802, 0,4 phr Irgafos 168.

15

Die Folie wird nach einer Woche Zwischenlagerung einseitig flammvorbehandelt und mit 30 g/m<sup>2</sup> (Trockenauftrag) Airflex EAF 60 beschichtet. Die Bahn wird mit einer IR-Lampe vorgetrocknet und in einem Kanal bei 100 °C endgetrocknet. Anschließend wird das Band zu Jumbos (Großrollen) gewickelt. In einem weiteren Arbeitsgang werden die Jumbos abgewickelt und die unbeschichtete Wickelfolieseite in einer Schneidmaschine einer schwachen Coronabehandlung zur Steigerung der Abrollkraft unterzogen und zu 33 m

20

langen Rollen in 19 mm Breite auf 1 ½-Zoll-Kern (37 mm Innendurchmesser) verarbeitet.

### Beispiel 6

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:

Die Folie enthält 75 phr Polymer C, 20 phr Escorene UL 00119, 5 phr RPT 1800, 150 phr Kisuma 5 A, 15 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802, 0,3 phr Irgafos 168.

30

Dieser Trägerfilm wird auf der einen Seite coronabehandelt und eine Woche gelagert. Die vorbehandelte Seite wird mit einer Haftvermittlerschicht aus Naturkautschuk, Cyclokautschuk und 4,4'-Diisocyanato-diphenylmethan (Lösungsmittel Toluol) von 0,6 g/m<sup>2</sup> beschichtet und getrocknet. Die Klebmassenbeschichtung wird direkt auf die Haftver-

35



mittlerschicht mittels Kommarakel mit einem Auftragsgewicht von  $18 \text{ g/m}^2$  (bezogen auf Trockensubstanz) aufgetragen. Die Klebmasse besteht aus einer Lösung einer Naturkautschukklebemasse in n-Hexan mit einem Feststoffgehalt von 30 Gewichtsprozent. Diese besteht aus 50 Teilen Naturkautschuk, 10 Teilen Zinkoxid, 3 Teilen Kolophoniumharz, 6 Teilen Alkylphenolharz, 17 Teilen Terpenphenolharz, 12 Teilen Poly- $\beta$ -Pinenharz, 1 Teil Antioxidant Irganox 1076 und 2 Teilen mineralischem Öl. Die Trocknung des Nachstriches erfolgt im Trockenkanal bei  $100^\circ\text{C}$ . Die Folie wird unmittelbar dahinter in einem Verbundschneidautomaten mit einem Messerbalken mit scharfen Klingen in 19 mm Abstand zu Rollen auf Standardklebebandkernen (3 Zoll) geschnitten.

10

Diese Wickelfolie zeichnet sich trotz hohen Füllstoffanteils durch eine sehr hohe Flexibilität aus, die sich in einem geringen Kraftwert bei 1 % Dehnung widerspiegelt. Diese Wickelfolie hat mechanische Eigenschaften ähnlich denen von Weich-PVC-Wickelbändern, wobei sie bezüglich Flammfestigkeit und die Wärmebeständigkeit sogar überlegen ist. Die Holding Power liegt bei 1500 min und die Abrollkraft bei 30 m/min (nicht 300 mm/min) beträgt  $5,0 \text{ N/cm}$ . Der Fogging-Wert liegt bei 62 % (vermutlich bedingt durch das Mineralöl des Klebstoffs). Die Rolle lässt sich aufgrund des großen Rollendurchmessers nur schräg zwischen Wickelbrett und Kabelbaum durchziehen, wodurch Falten in der Wicklung entstehen.

20

### Beispiel 7

Die Compounds für die einzelnen Schichten der Folie werden ohne Ruß in einem Knetzer mit Extruder und Unterwassergranulierung hergestellt. Die Mischzeit bis zu Homogenisierung ist 2 min, die gesamte Knetzeit bis zum Austrag in den Granulierextruder ist 4 min. Beim Compound für die Schichten 2 und 3 wird die eine Hälfte des Füllstoffs zu Anfang und die andere Hälfte nach 1 Minute zugefügt. Nach dem Trocknen werden die Compoundgranulate in einem Betonmischer mit dem Rußmasterbatch gemischt und einer 3-Schicht-Coextrusionsanlage nach dem Cast-Verfahren zugeführt (Düsenbreite 1400 mm, Schmelzetemperatur am Düsenkopf  $190^\circ\text{C}$ , Chill-Roll-Temperatur  $30^\circ\text{C}$ , Geschwindigkeit 30 m/min).

35 Die Trägerfolie weist folgenden Rezepturaufbau auf:

## Schicht 1:

15 µm 100 phr Evaflex P 1905, 40 phr Magnifin H 5 GV, 20 phr eines Masterbatches aus 50 % Flammruß 101 und 50 % Polyethylen, 0,4 phr Irganox 1076, 0,2 phr Irgafos 168

5

## Schicht 2:

40 µm: 70 phr Polymer B, 20 phr Vinnapas B 100, 160 phr Magnifin H 5 GV, 20 phr eines Masterbatches aus 50 % Flammruß 101 und 50 % Polyethylen, 0,8 phr Irganox 1076, 0,8 phr Irganox PS 800, 0,2 phr Irgafos 168

10

## Schicht 3:

40 µm wie Schicht 2

## Schicht 4

15 15 µm: 100 phr Escorene UL 02133, 0,4 phr Irganox 1076, 0,2 phr Irgafos 168

## Schicht 5

20 µm Levapren 450

20 Aufgrund der bei der Blasfolie aufgetretenen Probleme wird die Folie thermofixiert.

Die Folie wird nach einer Woche Zwischenlagerung bei 23 °C wie in Beispiel 1 beschichtet, allerdings unter Benutzung der Egalisierwalzen. Die so erhaltene Wickelfolie wird zu Stangen von 20 m Lauflänge gewickelt, welche eine Woche bei 40 °C getempert werden. Das Schneiden erfolgt durch Abstechen der Stangen mittels feststehender Klinge (straight knife).

20

In einem Vorversuch ist eine Mischzeit von 2 min gewählt worden, die Folie ist homogen (keine Stippen von Füllstoff), aber die Durchschlagsspannung nur 3 kV/100µm. Daher wird die Mischzeit trotz der Gefahr eines Abbaus hin erhöht (der Schmelzindex als Maß für den Abbau nimmt durch die längere Zeit aufgrund des Einsatzes von Phosphitstabilisator nur unwesentlich zu). Dieses Material hat keine Klebkraft auf Stahl und eine geringe Haftung auf der Rückseite. Diese reicht aus, dass sich die Windungen nicht gegeneinander verschieben können, am Wickelende ist jedoch Endfixierung mit einer haftklebenden Wickelfolie notwendig.

30

Durch die Temperung steigt die Abrollkraft so stark an, dass sich die Wickelfolie unter leichter Spannung applizieren lässt. Diese Ausführungsform ist lösungsmittelfrei und einfach herstellbar, da keine Beschichtung erforderlich ist.

- 5 Durch die eingefärbte Schicht 1, welche wenig Flammenschutzmittel enthält, zeigt die Wickelfolie bei starker Dehnung fast keinen Weißbruch. Der Fogging-Wert liegt bei 97 %.

- 10 Die Folie zeichnet sich gegenüber den anderen Beispielen und den Vergleichsbeispielen auf Basis von Polyolefin und Magnesiumhydroxid aus, dass bei einer Dehnung von über 20 % kein Weißbruch erkennbar ist, da die äußerste Schicht nur einen geringen Füllstoffanteil aufweist der auch an das polare Polymer gut angebunden ist. Durch den Gehalt an polarem Polymer ist das Brandverhalten trotzdem ausgezeichnet und durch die polypropylenhaltigen Schichten wird das Schmelzen der Folie verhindert. Obwohl das unverträgliche Polymer nur in den mittleren Schichten enthalten ist, zeigt das Wickelband dennoch
- 15 eine gute Handeinreißbarkeit.

**Eigenschaften der Beispiele**

	<i>Beispiel 1</i>	<i>Beispiel 2</i>	<i>Beispiel 3</i>	<i>Beispiel 4</i>	<i>Beispiel 5</i>	<i>Beispiel 6</i>	<i>Beispiel 7</i>
Foliendicke [mm]	0,085	0,08	0,095	0,08	0,06	0,09	0,11
Klebkraft Stahl [N/cm]	3,0	2,8	3,3	2,4	2,0	4,0	1,7
Klebkraft auf eigener Rückseite [N/cm]	2,2	2,0	2,4	1,8	1,6	1,8	1,7
Abrollkraft [N/cm]	2,4	2,1	2,3	1,9	1,9	2,7	2,0
Reißkraft* [N/cm]	10,4	8,7	7,1	6,9	12,3	9,8	8,2
Reißdehnung* [%]	620	580	830	890	530	940	790
Kraft bei 1 % Dehnung [N/cm]	2,5	2,8	1,9	1,7	3,1	1,9	2,1
Kraft bei 100 % Dehnung [N/cm]	7,2	8,1	6,3	5,1	10,2	7,3	5,9
Reißdehnung* nach 20d@ 136°C [%]	560	440	320	410	350	520	620
Reißdehnung* nach 3000h@105°C >100%	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Wärmebeständigkeit 168h@140 °C	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Hitzebeständigkeit 30 min@170 °C	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 3000h@105°C	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 2000h@125°C	keine Versprödung	keine Versprödung	Wickelfolie spröde	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung
Handeinreißbarkeit	+++	+++	++	+	+++	+	+
LOI [%]	23,1	25,1	19,1	24,8	20,2	21,3	21,4
Brennrate FMVSS 302 [mm/min]	40	selbstverlöschend	263	selbstverlöschend	201	173	186
Fogging-Wert	99	96	86	92	95	59	93
Halogenfreiheit	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja

Phosphorgehalt <0,5phr	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja
---------------------------	----	----	----	----	----	----	----

\* an mit Klingen geschnittenen Mustern

### Vergleichsbeispiel 1

Zur Beschichtung wird eine konventionelle Folie für Isolierband von Singapore Plastic Products Pte. unter der Bezeichnung F2104S eingesetzt. Die Folie enthält nach Herstellerangaben ca. 100 phr (parts per hundred resin) Suspensions-PVC mit dem K-Wert 63 bis 65, 43 phr DOP (Di-2-ethylhexylphthalat), 5 phr dreibasisches Bleisulfat (TLB, Stabilisator), 25 phr gemahlene Kreide (Bukit Batu Murah Malaysia mit Fettsäure-Coating), 1 phr Furnaceruß und 0,3 phr Stearinsäure (Gleitmittel). Die Nenndicke beträgt 100 µm und die Oberfläche ist glatt aber matt.

Auf der einen Seite wird der Primer Y01 von Four Pillars Enterprise/Taiwan aufgetragen (analytisch acrylatmodifizierter SBR-Kautschuk in Toluol) und darauf 23 g/m<sup>2</sup> des Klebstoffs IV9 von Four Pillars Enterprise/Taiwan (analytisch feststellbare Hauptkomponente: SBR und Naturkautschuk, Terpenharz und Alkylphenolharz in Toluol). Die Folie wird unmittelbar nach dem Trockner mit einem Messerbalken mit scharfen Klingen in 25 mm Abstand in einem Verbundschneidautomaten zu Rollen geschnitten.

Die Reißdehnung nach 3000 h bei 105 °C ist nicht messbar, da das Muster durch Weichmacherverdampfung in kleine Stücke zerfallen ist. Nach 3000 h bei 85 °C beträgt die Reißdehnung 150 %

### Vergleichsbeispiel 2

Das Beispiel 4 der EP 1 097 976 A1 wird nachgearbeitet.

Folgende Rohstoffe werden in einem Kneiter compoundiert: 80 phr Cataloy KS-021 P, 20 phr Evaflex P 1905, 100 phr Magshizu N-3, 8 phr Norvaexcel F-5, 2 phr Seast 3H und granuliert, wobei die Mischzeit jedoch 2 min beträgt.

In einem Vorversuch stellt sich heraus, dass bei 4 min Mischzeit der Schmelzindex des Compounds um 30 % zunimmt (was an dem Fehlen eines Phosphitstabilisators liegen kann oder an dem stärkeren mechanisch Abbau aufgrund des extrem niedrigen Schmelzindex des Polypropylenpolymers). Obwohl der Füllstoff vorgetrocknet worden ist

und sich über dem Knetcompunder eine Abluftvorrichtung befindet, entsteht an der Anlage beim Kneten ein penetranter Phosphingeruch.

Die Trägerfolie wird anschließend mittels Extrusion wie in Beispiel 7 beschrieben (wobei alle drei Extruder mit dem selben Compound befüttert werden) über eine Schlitzdüse und Kühlwalze in einer Dicke von 0,20 mm hergestellt, wobei die Extruderdrehzahl reduziert wird, bis die Folie eine Geschwindigkeit von 2 m/min erreicht.

Bei einem Vorversuch kann die Geschwindigkeit von 30 m/min wie in Beispiel 7 nicht erreicht worden, da sich die Anlage wegen überhöhten Druckes abschaltet (zu hohe Viskosität).

In einem weiteren Vorversuch wird die Folie mit 10 m/min gefertigt, die mechanischen Daten in Längs- und Querrichtung wiesen auf eine starke Längsorientierung, was sich beim Beschichten durch einen Schrumpf von 20 % in Laufrichtung bestätigt.

Daher wird der Versuch mit noch geringer Geschwindigkeit wiederholt, was zu einer technisch einwandfreien (einschließlich Stippenfreiheit), aber wirtschaftlich nicht tragbaren Folie führte.

Die Beschichtung erfolgt analog Beispiel 3 jedoch mit einem Klebstoffauftrag von 30 g/m<sup>2</sup> (dieser Klebmasse hat eine ähnliche Zusammensetzung wie die der Originalklebmasse des nachgearbeiteten Patentbeispiels). Die Folie wird unmittelbar nach dem Trockner mit einem Messerbalken mit scharfen Klingen zu 25 mm breiten Streifen zerteilt und im Verbund zu Rollen gewickelt.

Das selbstklebende Wickelband zeichnet sich durch fehlende Flexibilität aus. Gegenüber Beispiel 5 beziehungsweise 6 liegt die Steifigkeit des Vergleichsbeispiels 2 um 4030 % beziehungsweise 19000 % höher.

Die Steifigkeit lässt sich bekanntermaßen aus der Dicke und der Kraft bei 1 % Dehnung (proportional dem E-Modul) leicht berechnen. Das Muster weist aufgrund des Gehaltes an rotem Phosphor und der relativ hohen Dicke ein sehr gutes Brandverhalten aus (Hinweis: Der LOI-Wert wurde an der 0,2 mm dicken Probe mit Klebstoff gemessen, der LOI von 30 % in der zitierten Patenschrift stammt jedoch von einem 3 mm starkem Prüfling ohne Klebstoff).

### Vergleichsbeispiel 2a

Die Durchschlagsspannung von 2 kV/100µm des Vergleichsbeispiels 2 ist für die Anwendung als Isolierband zu gering, um bei Dicken, die eine akzeptable Flexibilität ermöglichen, eine hinreichende absolute Durchschlagsspannung zu erreichen. Die geringe Bruchdehnung weist auf Inhomogenitäten, die zwar die Handeinreißbarkeit positiv, jedoch die Durchschlagsspannung negativ beeinflussen.

In einem ergänzenden Versuch 2a wird der Compound intensiver gemischt. Hierdurch wird eine Verbesserung der Durchschlagsspannung auf 4 kV/100 µm erreicht, was jedoch mit einer Verschlechterung der Handeinreißbarkeit und Anhebung der Bruchdehnung auf 570 % einhergeht.

Die Beispiele der EP 1 097 976 A1 weisen eine Bruchdehnung in der Größenordnung von 300 % auf, was generell auf schlechte Durchmischung und damit niedrige Bruchdehnung und niedrige Durchschlagsspannungen hinweist.

### Vergleichsbeispiel 2b

20

Aufgrund der aufgetretenen technischen Probleme wird versucht, unter Bedingungen wie Beispiel 1 mit einem Kalandersprozess zu fertigen, nachdem vorher zufällig gefunden worden ist, dass ein niedriger Schmelzindex beim Polypropylenpolymer für den Kalandersprozess kein Problem darstellt, sondern im Gegenteil sogar eine fast zwingende Voraussetzung ist.

Da die Rezeptur des Beispiels 4 der EP 1 097 976 A1 von den mechanischen Eigenschaften her unzulänglich ist, wird die Rezeptur aus Versuch 1 verarbeitet: 80 phr Cataloy KS-353 P, 20 phr Evaflex A 702, 100 phr Magshizu N-3, 8 phr Norbaexcell F5, 2 phr Seast 3H.

Die Mischung klebt so stark an den Kalanderswalzen, dass kein Folienmuster erzeugt werden kann. Daher werden erst 0,2 phr Stearinsäure als übliches Lubricant zugefügt und mangels Abhilfe zusätzlich noch 5 phr Baerostab UBZ 639 (gängiges Kalandersaddi-



tiv-Paket aus Stabilisator und Lubricant von Baerlocher), was das Verarbeitungsproblem auch nicht löst.

Die Ursache wird in dem hohen Gehalt an EEA-Polymer gesehen, da EEA und EVA eine hohe spezifische Adhäsion auf Chrom und Stahl aufweisen. Wie der Fachmann erkennt, wäre das Problem durch massive Erhöhung des Füllstoffgehaltes eventuell lösbar, da aber ein aus dem Compound hergestellter 0,2 mm dicker Preßling schon zu steif erscheint, hätte eine höher gefüllte Folie erst recht keine Aussicht auf ausreichende Flexibilität.

### Vergleichsbeispiel 3

Das Beispiel A der WO 97/05206 A1 wird nachgearbeitet.

Die Herstellung des Compounds wird nicht beschrieben. Die Komponenten werden daher auf einem Doppelschneckenlaborextruder von 50 cm Länge und einem L/D-Verhältnis von 1:10 gemischt: 9,59 phr Evatane 2805, 8,3 phr Attane SL 4100, 82,28 phr Evatane 1005 VN4, 74,3 phr Martinal 99200-08, 1,27 phr Irganox 1010, 0,71 phr AMEO T, 3,75 phr Masterbatch schwarz (hergestellt aus 60 Gew.-% Polyethylen mit MFI = 50 und 40 Gew.-% Furnace Seast 3 H), 0,6 phr Stearinsäure, 0,60 phr Luwax AL 3.

Der Compound wird granuliert, getrocknet und auf einer Laboranlage zu einer Schlauchfolie verblasen und beidseitig geschlitzt. Es wird versucht, die Folie nach Coronavorbehandlung mit Klebstoff analog Beispiel 1 zu beschichten, sie weist jedoch zu starken Schrumpf in Quer- und Längsrichtung auf, die Rollen sind nach 4 Wochen wegen zu hoher Abrollkraft kaum noch abwickelbar.

Daher folgt ein Versuch der Beschichtung mit einem unpolaren Kautschukleber wie in Beispiel 6, welcher aber an der Lösungsmittlempfindlichkeit der Folie scheitert. Da die angegebene Schrift eine Klebstoffbeschichtung nicht beschreibt, wohl aber anzustrebende klebtechnische Eigenschaften, wird die Folie im Scherenschnitt zwischen einem Satz aus Paaren von je zwei rotierenden Messern zu 25 mm breiten Streifen zerschnitten und gewickelt.

Das selbstklebende Wickelband zeichnet sich durch eine gute Flexibilität und Flammwidrigkeit aus. Die Handeinreißbarkeit ist jedoch nicht ausreichend. Besonders nachteilig ist jedoch die geringe Wärmeformbeständigkeit, die zum Schmelzen des Klebebandes bei der Durchführung der Alterungsteste führt. Des weiteren führt das Wickelband zu einer erheblichen Verkürzung der Lebensdauer der Kabelisolierung durch Versprödung. Die hohe Schrumpfung ist durch den zu niedrigen Schmelzindex des Compounds bedingt. Auch bei höherem Schmelzindex der Rohstoffe sind Probleme zu erwarten, obwohl dadurch der Schrumpf deutlich geringer wird, denn eine Thermofixierung ist trotz des geringen Erweichungspunktes der Folie in der genannten Schrift nicht vorgesehen. Da das Produkt keine signifikante Abrollkraft aufweist, ist es kaum auf Drahtbündeln applizierbar. Der Fogging-Wert liegt bei 73 % (vermutlich bedingt durch das Paraffinwachs).

#### Vergleichsbeispiel 4

Das Beispiel 1 der EP 0 953 599 A1 wird nachgearbeitet.

Die Herstellung des Compounds wird wie beschrieben auf einem Einschneckenlabor-extruder gemischt: 85 phr Lupolex 18 E FA, 6 phr Escorene UL 00112, 9 phr Tuftec M-1943, 63 phr Magnifin H 5, 1,5 phr Magnesiumstearat, 11 phr Novaexcel F 5, 4 phr Carbon Black FEF, 0,2 phr Irganox 1010, 0,2 phr Tinuvin 622 LD, wobei eine deutliche Freisetzung von Phosphin zu riechen ist.

Die Folienherstellung erfolgt wie in Vergleichsbeispiel 3.

Die Folie weist jedoch eine große Zahl an Füllstoffstippen und kleinen Löchern auf und die Blase reißt während des Versuchs mehrfach ab. Die Durchschlagsspannung streut stark von 0 bis 3 kV/100  $\mu$ . Daher wird das Granulat zur weiteren Homogenisierung im Extruder erneut aufgeschmolzen und granuliert. Der jetzt erhaltene Compound weist nur noch eine geringe Anzahl an Stippen auf. Beschichtung und Schneiden erfolgt analog Beispiel 1.

Das selbstklebende Wickelband zeichnet sich auf Grund der Verwendung von rotem Phosphor durch sehr gute Flammfestigkeit aus. Da das Produkt keine Abrollkraft aufweist,

ist es kaum auf Drahtbündeln applizierbar. Die Wärmestandsbeständigkeit ist wegen des niedrigen Schmelzpunktes unzureichend.

5

### Vergleichsbeispiel 5

Auf einen textilen Träger vom Typ Vlies-Faden-Nähgewirke Maliwatt (80 g/m<sup>2</sup>, Feinheit 22, schwarz, Dicke ca. 0,3 mm) wird mittels Düsenbeschichtung eine UV-vernetzbare Acrylat-Hotmelt-Klebmasse vom Typ Acronal DS 3458 bei 50 m/min aufgetragen. Die

10 Temperaturbelastung des Trägers wird mittels einer gekühlten Gegendruckwalze reduziert. Der Masseauftrag beträgt ca. 65 g/m<sup>2</sup>. Eine geeignete Vernetzung wird in-line vor der Aufwicklung durch Bestrahlung mit einer UV-Anlage erreicht, die mit 6 Mitteldruck-Hg-Lampen à 120 W/cm ausgestattet ist. Die Ballen werden im Scherenschnitt (zwischen einem Satz paarweise leicht versetzter rotierender Messer) zu Rollen auf Standard-3-

15 Zoll-Kerne konfektioniert.

Dieses Wickelband zeichnet sich durch gute klebtechnische Eigenschaften sowie durch eine sehr gute Kompatibilität zu verschiedenen Kabelisolierungsmaterialien (PVC, PE, PP) und Rillrohren aus. Aus anwendungstechnischer Sicht sind jedoch die hohe Dicke

20 und die fehlende Handeinreißbarkeit sehr nachteilig.

### Vergleichsbeispiel 6

Zur Herstellung des Trägerfilmes werden zunächst in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder 100 phr Polymer A, 150 phr Magnifin H 5 GV, 10 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802 und 0,3 phr Irgafos 168 compoundingiert. Das Magnifin wird zu je 1/3 in den Zonen 1, 3, und 5 zugegeben.

30 Die Compoundschmelze wird von der Düse des Extruders zu einem Walzwerk, von dort durch einen Strainer geführt und danach über ein Förderband in den Spalt eines Kalenders vom Typ „inverted L“ gespeist. Mit Hilfe der Kalenderwalzen wird ein Film mit glatter Oberfläche in einer Breite von 1500 mm und einer Dicke von 0,08 mm (80 µm) ausgeformt und auf Thermofixierwalzen nachkristallisiert. Der Film wird eine Woche gelagert,

35 auf der Beschichtungsanlage mit Walzen bei 60 °C zur Verbesserung der Planlage egali-

siert und nach einer Coronabehandlung mit einem wässrigen Acrylathafkleber Primal PS 83 D mittels eines Rakels mit einem Auftragsgewicht von 24 g/m<sup>2</sup> aufgetragen. Die Trocknung der Kleberschicht erfolgt im Trockenkanal bei 70 °C, die fertige Wickelfolie wird zu Stangen mit 33 m Lauflänge auf 1-Zoll-Kern (25 mm) gewickelt. Das Schneiden erfolgt durch Abstechen der Stangen mittels feststehender Klinge mit nicht sehr spitzem Winkel (straight knife) in 29 mm breite Rollen. Wie auch bei den nachfolgenden Beispielen wird im Abstechschnitt ein Automat aus den in der Beschreibung der Erfindung aufgeführten Gründen eingesetzt.

- 5 Diese selbstklebende Wickelfolie zeigt trotz des hohen Füllstoffanteiles eine gute Flexibilität. Die Alterungsbeständigkeit und die Verträglichkeit mit PP- und PA-Kabeln und Polyamidrillrohr sind herausragend. Bei Anwendungsversuchen hat sich bei der Handverarbeitung eine unzureichende Handeinreißbarkeit bemerkbar gemacht.

15

### Vergleichsbeispiel 7

Das Beispiel 1 der WO 00/71634 A1 wird nachgearbeitet.

- 20 Folgende Mischung wird in einem Knetter hergestellt: 80,8 phr ESI DE 200, 19,2 phr Adflex KS 359 P, 30,4 phr Calciumcarbonat-Masterbatch SH3, 4,9 phr Petrothene PM 92049, 8,8 phr Antimonoxid TMS und 17,6 phr DE 83-R.

Der Compound wird auf einer Cast-Laboranlage zu Flachfolie verarbeitet, Corona vorbehandelt, 20 g/m<sup>2</sup> JB 720 beschichtet, auf Stangen mit 3-Zoll-Kern gewickelt und durch Abstechen mit feststehender Klinge (Vorschub von Hand) geschnitten.

- 30 Dieses Wickelband zeichnet sich durch PVC-ähnliches mechanisches Verhalten aus, dass heißt hohe Flexibilität und gute Handeinreißbarkeit. Nachteilig ist der Einsatz von bromhaltigen Flammenschutzmitteln. Des weiteren ist die Wärmeformbeständigkeit bei Temperaturen oberhalb von 95 °C gering, so dass die Folie bei den Alterungs- und Verträglichkeitstesten schmilzt.

## Eigenschaften der Vergleichsbeispiele

	Ver- gleichs- beispiel 1	Ver- gleichs- beispiel 2	Ver- gleichs- beispiel 3	Ver- gleichs- beispiel 4	Ver- gleichs- beispiel 5	Ver- gleichs- beispiel 6	Ver- gleichs- beispiel 7
Foliendicke [mm]	0,08	0,20	0,15	0,20	0,29	0,08	0,125
Klebkraft Stahl [N/cm]	1,8	3,3	2,0	1,9	5,1	2,9	2,3
Klebkraft auf eigener Rückseite [N/cm]	1,6	1,5	1,8	1,4	1,5	1,9	1,2
Abrollkraft [N/cm]	2,0	1,8	1,9	1,7	3,5	2,2	1,5
Reißkraft* [N/cm]	15	10,9	22,3	44,0	51,3	10,2	22,5
Reißdehnung* [%]	150	370	92	720	72	760	550
Kraft bei 1 % Dehnung [N/cm]	1,0	11,4	4,3	5,9	5,2	2,1	0,46
Kraft bei 100 % Dehnung [N/cm]	14,0	9,2	--	19,8	--	5,7	6,3
Reißdehnung* nach 20d@136°C [%]	versprödet	versprödet	geschmolzen	geschmolzen	60	380	geschmolzen
Reißdehnung* nach 3000@105°C >100%	versprödet	versprödet	ja	ja	nicht versprödet	ja	versprödet
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 3000h@105°C	nein	PE ja PP nein	Kabel versprödet	Tape brüchig	ja	ja	Tape brüchig
Wärmebeständigkeit 168h@140 °C	nein	ja	nein	nein	ja	ja	nein
Hitzebeständigkeit 30 min@170 °C	nein	ja	nein	nein	ja	ja	nein
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 2000h@125°C	nein	nein	Tape geschmolzen	Tape geschmolzen	ja	ja	Tape geschmolzen
Handeinreißbarkeit	+++	--	-	--	-	+	+
LOI [%]	21,4	27,1	19,3	28,3	20,5	22,1	32,6
Brennrate nach FMVSS 302 [mm/min]	324	selbstverlöschend	463	selbstverlöschend	362	51	selbstverlöschend
Fogging-Wert	29	66	73	63	99	95	73
Halogenfrei	nein	ja	ja	ja	ja	ja	nein
Phosphorgehalt <0,5phr	ja	nein	ja	nein	ja	ja	ja

\*an mit Klingen geschnittenen Mustern

### Patentansprüche

1. Flammfeste, halogenfreie Wickelfolie aus  
mindestens einem Polypropylencopolymeren,  
5 mindestens einem anorganischen Flammschutzmittel und  
1 bis 30 phr, vorzugsweise 5 bis 15 phr mindestens einem mit dem Polypropylen-  
copolymer unverträglichen Polymer.
2. Wickelfolie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die mit dem Polypropy-  
10 len unverträglichen Polymere mindestens 25 Gew.-% Sauerstoff enthalten.
3. Wickelfolie nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Lös-  
lichkeitsparameter  $\sigma$  der unverträglichen Polymere mindestens  $19 \text{ J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$  beträgt.
- 15 4. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeich-  
net, dass das unverträgliche Polymer Polyvinylacetat ist oder aus einem Polyester  
oder einem Polyamid besteht.
5. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeich-  
20 net, dass der flammhemmende Füllstoff zu 70 bis 200 phr, vorzugsweise zu 110 bis  
150 phr, zugesetzt wird und insbesondere ein Magnesiumhydroxid ist.
6. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeich-  
net, dass der Sauerstoffindex (LOI) der mit Klebmasse beschichteten Wickelfolie  
mindestens 19 %, bevorzugt > 21 %, besonders bevorzugt > 23 % und die Brand-  
geschwindigkeit nach FMVSS 302 keiner 300 mm/min, vorzugsweise < 200 mm/min  
und besonders bevorzugt < 70 ist.
7. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
30 zeichnet, dass in der Wickelfolie neben dem Polypropylencopolymer Ethylen-Propy-  
len-Copolymere aus den Klassen der EPM und EPDM vorhanden sind.
8. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeich-  
net, dass die Wickelfolie mindestens 5 phr, vorzugsweise mindestens 10 phr Ruß  
35 enthält, wobei der Ruß bevorzugt einen pH-Wert von 6 bis 8 aufweist.

9. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Polypropylencopolymer einen Biegemodul von weniger als 500 MPa, bevorzugt von 80 oder weniger und besonders bevorzugt von 30 MPa oder weniger, und/oder mit einem Kristallitschmelzpunkt im Bereich von 120 °C bis 166 °C, vorzugsweise bis 148 °C, besonders vorzugsweise bis 145 °C, aufweist.
10. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Dicke der Wickelfolie 50 bis 150 µm, insbesondere 55 bis 100 µm und die Kraft in Laufrichtung bei 1 % Dehnung 1 bis 4 N/cm und/oder die Kraft bei 100 % Dehnung 3 bis 15 N/cm beträgt.
11. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie ein- oder beidseitig, insbesondere einseitig, eine Selbstklebeschicht, die vorzugsweise auf der Basis von Polyisopren, Ethylenvinylacetatcopolymer und/oder Polyacrylat besteht, und gegebenenfalls eine Primerschicht zwischen Folie und Kleberschicht aufweist, wobei die Menge der Kleberschicht jeweils 10 bis 40 g/m<sup>2</sup>, vorzugsweise 18 bis 28 g/m<sup>2</sup> beträgt, die Klebkraft auf Stahl 1,5 bis 3 N/cm,
12. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie eine lösungsmittelfreie Haftklebmasse aufweist, welche durch Coextrusion, Schmelzbeschichtung oder Dispersionsbeschichtung erzeugt wird, bevorzugt einen Dispersionshaftkleber und insbesondere einen solchen auf Polyacrylat-Basis, wobei diese Klebmasse mittels einer Flamm- oder Coronavorbehandlung oder einer Haftvermittlerschicht, welche durch Coextrusion oder Beschichtung aufgebracht wird, mit der Oberfläche der Trägerfolie verbunden ist.
13. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie weichmacherfrei ist oder der Weichmachergehalt so niedrig ist, dass der Fogging-Wert über 90 % liegt.
14. Verwendung einer Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche zum Bündeln, Schützen, Kennzeichnen, Isolieren oder Abdichten von Lüftungsrohren oder Drähten oder Kabeln und zum Ummanteln von Kabelsätzen in Fahrzeugen oder Feldspulen für Bildröhren.

### **Zusammenfassung**

Flammfeste, halogenfreie Wickelfolie aus mindestens einem Polypropylencopolymeren, mindestens einem anorganischen Flammschutzmittel und 1 bis 30 phr, vorzugsweise 5 bis 15 phr mindestens einem mit dem Polypropylencopolymer unverträglichen Polymer.



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**